Aluminio

Método 8012

Sobres de reactivo en polvo

Método Aluminón[1]

(0,008 – 0,800 mg/L)

Campo de aplicación: Para agua y aguas residuales

[1] Adaptación de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
La determinación de aluminio total requiere una digestión previa.
Lavar los artículos de vidrio con ácido clorhídrico 6,0 N y con agua desionizada antes de usarlos, para evitar los contaminantes absorbidos en el vidrio.
Para obtener resultados de precisión, la temperatura de la muestra debe estar entre 20 – 25 °C (68 – 77°F).

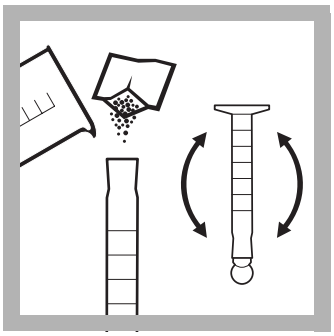
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Sobres de reactivo de aluminio AluVer 3 en polvo	1
Sobres de reactivo de ácido ascórbico en polvo	1
Sobres de reactivo Bleaching 3 en polvo	1
Tubo mezclador, graduado de vidrio, 50 mL, con tapón	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2

Nota: *En la pág. 6 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

Sobres de reactivo en polvo — Método 8012

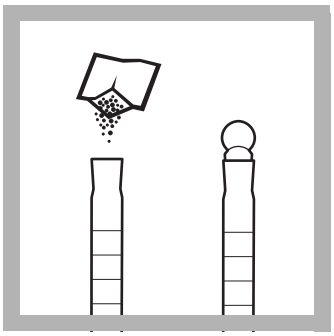
1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



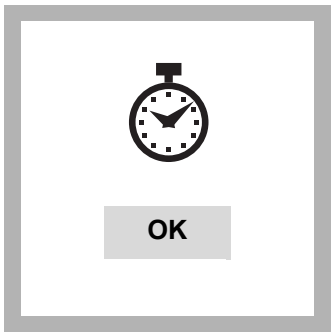
3. Llenar un tubo mezclador graduado de 50 mL hasta la marca de 50 mL con muestra. Añadir el contenido de un sobre de ácido ascórbico en polvo.

Tapar el tubo e invertir despacio varias veces para disolver el polvo.

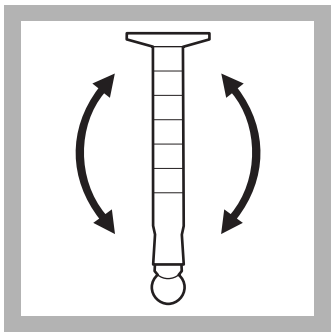


4. Añadir el contenido de un sobre de reactivo de aluminio AluVer 3 en polvo. Tapar el tubo.

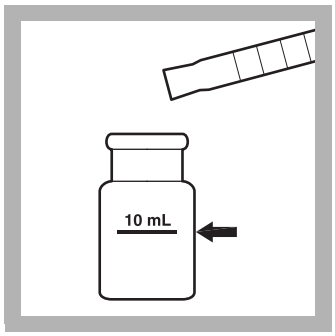
En presencia de aluminio se formará un color rojo-naranja.



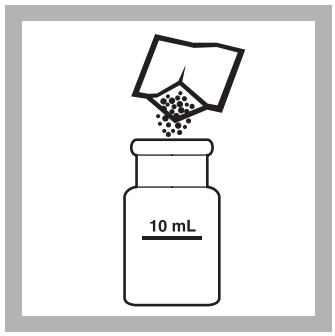
5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.



6. Invertir el tubo repetidamente durante un minuto para disolver el polvo. Si hay polvo sin disolver se obtendrán resultados erróneos.

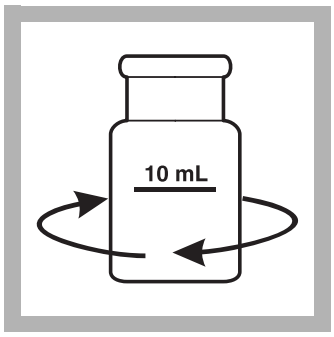


7. Preparación del blanco: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con mezcla del tubo mezclador.



8. Añadir el contenido de un sobre de reactivo Bleaching 3 en polvo a la cubeta.

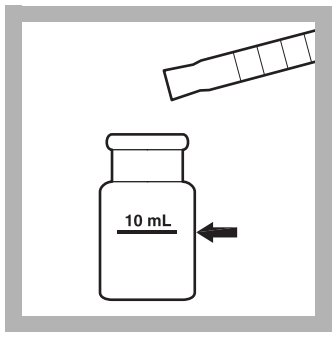
9. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.



10. Agitar, con rotación, enérgicamente durante 30 segundos. Esta solución debería adquirir un color anaranjado de claro a medio.

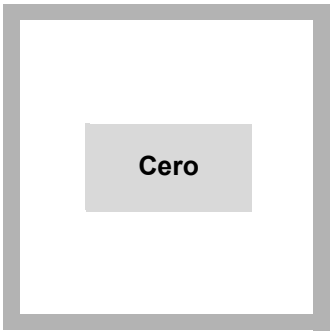
11. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 15 minutos.



12. La muestra preparada: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con mezcla del tubo mezclador.

13. Dentro de los 5 minutos siguientes al periodo de reacción, limpiar bien el exterior del blanco y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.



14. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.000 mg/L Al^{3+}

15. Inmediatamente limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

16. *En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Al^{3+}**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Acidez	Mayor que 300 mg/L como $CaCO_3$. Las muestras con acidez en concentraciones superiores deben ser tratadas de la manera siguiente: **1.** Añadir una gota de solución indicadora de m-nitrofenol[1] a la muestra en el paso 3. **2.** Añadir una gota de solución patrón de hidróxido sódico[1] 5,0 N. Tapar el tubo. Invertir para mezclar. Repetir tantas veces como sea necesario hasta que el color cambie de incoloro a amarillo. **3.** Añadir una gota de la solución patrón de ácido sulfúrico[1] 5,25 N, para cambiar la solución de amarilla a incolora. Continuar con el procedimiento.
Alcalinidad	1000 mg/L como $CaCO_3$. Las interferencias por concentraciones de alcalinidad más altas se pueden eliminar mediante el siguiente tratamiento preliminar: **1.** Añadir una gota de solución indicadora de m-nitrofenol[1] a la muestra en el paso 3 del procedimiento. Un color amarillo indica una alcalinidad excesiva. **2.** Si la muestra está amarilla, agregar una gota de solución patrón de ácido sulfúrico[1] 5,25 N. Tapar el tubo. Invertir para mezclar. Si el color amarillo persiste, repetir hasta que la muestra cambie a incolora. Continuar con el procedimiento.
Fluoruro	Interfiere a todos los niveles. Véase la Figura en la página 4.
Fosfato	Mayor que 50 mg/L
Hierro	Mayor que 20 mg/L
Polifosfato	El polifosfato interfiere a todos los niveles, causando errores negativos y no debe estar presente. Antes de efectuar el procedimiento el polifosfato debe ser convertido a ortofosfato por el Método con hidrólisis ácida como se describe en los procedimientos de fosforo.

[1] En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

El fluoruro interfiere a todos los niveles por acomplejamiento con el aluminio.
La concentración actual de aluminio se puede determinar utilizando el gráfico que se muestra abajo cuando se conoce la concentración de fluoruro.

Para utilizar el gráfico de interferencia de fluoruro:

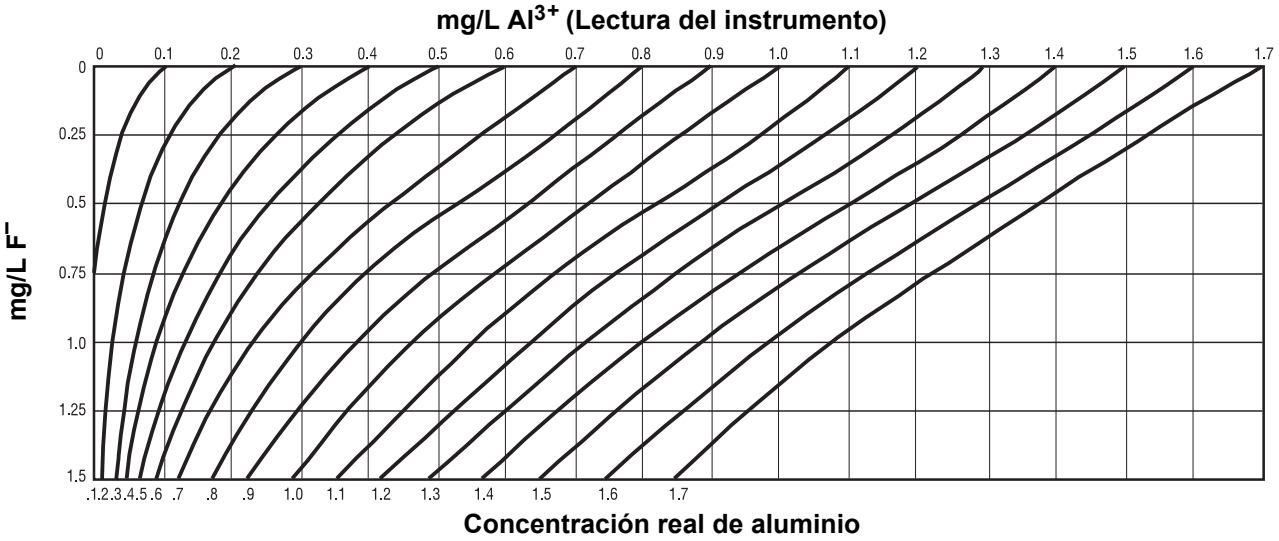
1. Seleccionar la línea vertical a lo largo de la parte superior del gráfico que representa la lectura de aluminio obtenida en el paso 15 del procedimiento.

2. Localizar el punto de la línea que se cruza con la línea horizontal que indica cuanto fluoruro hay en la muestra.

3. Extrapolar la concentración real de aluminio siguiendo las líneas curvas a ambos lados del punto de intersección hacia abajo hasta la concentración real de aluminio.

Por ejemplo, si el resultado del ensayo de aluminio fue 0,7 mg/L de Al y el fluoruro presente en la muestra fue 1 mg/L F^- entonces el punto donde la línea de 0,7 se cruza con la línea de 1 mg/L F^- cae entre las curvas de 1,2 y 1,3 mg/L de Al. En este caso, el contenido real de aluminio sería de 1,27 mg/L Al curve.

Figura Gráfico de interferencia de fluoruro



Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en recipientes de vidrio o de plástico limpios. Para el almacenamiento, a justar el pH a 2 o un valor inferior con ácido nítrico (unos 1,5 mL por litro). Las muestras conservadas se pueden almacenar hasta un máximo de 6 meses a temperatura ambiente. Antes del análisis, ajustar el pH a un valor comprendido entre 3,5 – 4,5 con hidróxido sódico 5,0 N.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento. Verificar la forma química.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Romper el cuello de una ampolla Voluette de solución patrón de aluminio, 50 mg/L Al.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores*. Llenar los tubos hasta la marca de 50 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón
Preparar una solución patrón de aluminio 0,4 mg/L como Al como sigue:

1. Pipetear 1,00 mL de solución patrón de aluminio, 100 mg/L como Al^{3+}, en un frasco volumétrico de 250 mL. Diluir hasta la marca de 250 mL con agua desionizada. Preparar esta solución cada día. Efectuar el procedimiento de la manera descrita.

   O

   Utilizando una pipeta TenSette, pipetear 0,8 mL de solución patrón de una ampolla Voluette de aluminio (50 mg/L como Al) en un frasco volumétrico de 100 mL. Diluir hasta la marca de 100 mL con agua desionizada. Efectuar el procedimiento de la manera descrita.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 0,4 mg/L como Al, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

* En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Resumen del principo operativo

El indicador aluminón se combina con el aluminio en la muestra formando un color rojo-naranja. La intensidad del color es proporcional a la concentración de aluminio. Se añade ácido ascórbico para eliminar la interferencia del hierro. El reactivo de aluminio AluVer 3, envasado en forma de polvo, presenta una estabilidad excepcional y sirve para muestras de agua dulce. Los resultados del ensayo se miden a 522 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Set de reactivo de aluminio (100 tests), incluye:	—	—	22420-00
(1) Sobres de reactivo de aluminio AluVer 3 en polvo	1	100/paquete	14290-99
(1) Sobres de reactivo de ácido ascórbico en polvo	1	100/paquete	14577-99
(1) Sobres de reactivo Bleaching 3 en polvo	1	100/paquete	14294-49
Ácido clorhídrico, 6,0 N	variable	500 mL	884-49
Agua desionizada	variable	4 L	272-56

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Tubo mezclador, graduado de vidrio, 50 mL, con tapón	1	cada uno	1896-41
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de aluminio, 100 mg/L como Al^{3+}	100 mL	14174-42
Solución patrón de aluminio, 10 mL ampollas Voluette, 50 mg/L como Al	16/paquete	14792-10

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Solución indicadora de m-nitrofenol	2476-32
Ácido nítrico, 1:1	2540-49
Solución patrón de hidróxido sódico, 5,0 N	2450-26
Solución patrón de ácido sulfúrico, 5,25 N	2449-32

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Aluminio

Método 8326 — Método Cianina Eriocromo R[1]

Sobres de reactivo en polvo — (0,002 – 0,250 mg/L Al^{3+})

Campo de aplicación: Para agua

[1] Adaptación de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Lavar los artículos de vidrio con ácido clorhídrico 6,0 N y agua desionizada antes de usarlos, para evitar los errores debidos a los contaminantes absorbidos en el vidrio.
Para obtener resultados de precisión, la temperatura de la muestra debe estar entre 20 – 25 °C (68 – 77 °F).
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").

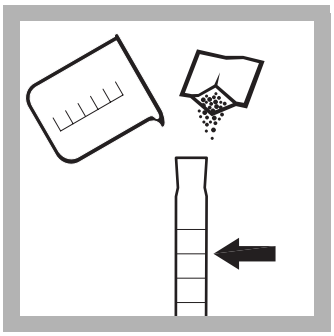
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Sobres de Reactivo ECR en polvo	1
Tampón hexametileno tetramina, sobre de reactivo en polvo	1
Enmascarador ECR en solución de reactivo	1 gota
Tubo, graduado, 25 mL con tapón de vidrio	1
Cubetas de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2

Nota: *En la pág. 6 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

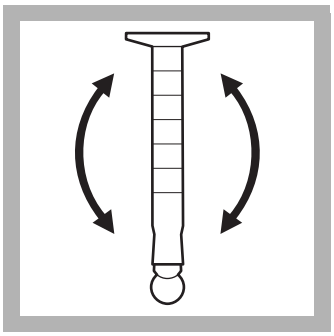
Sobres de reactivo en polvo — Método 8326

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



3. Llenar un tubo mezclador graduado de 25 mL hasta la marca de 20 mL con muestra. Añadir el contenido de un sobre ECR en polvo para muestras de 20 mL.

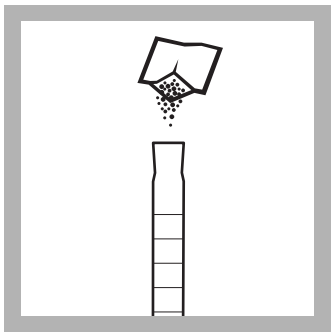


4. Poner el tapón al tubo. Invertir varias veces para disolver el polvo

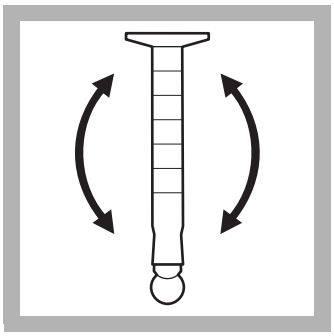
El reactivo no disuelto podrá dar lugar a resultados equívocos.

5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 30 segundos.

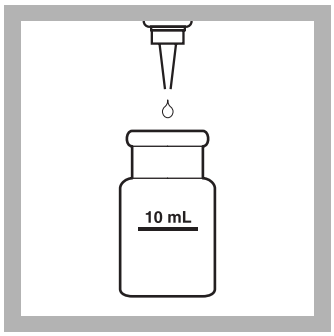


6. Después de que suene el temporizador, añadir el contenido de un sobre de reactivo Hexametileno tetramina en polvo.

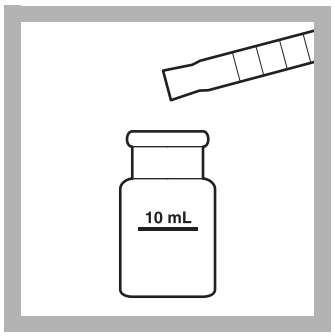


7. Poner el tapón al tubo. Invertir varias veces para disolver el polvo.

En presencia de aluminio aparecerá un color naranja-rojo.



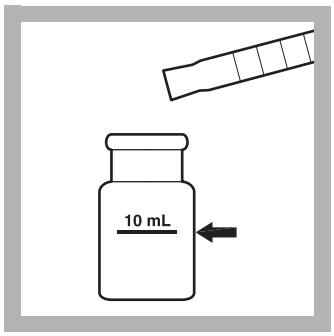
8. Preparación del blanco: añadir una gota de reactivo enmascarador ECR en una cubeta cuadrada de una pulgada limpia de 10 mL para la muestra.



9. Verter 10 mL en la cubeta que contiene el blanco.

Agitar, con rotación, para mezclar.

La solución tomará un color amarillo.

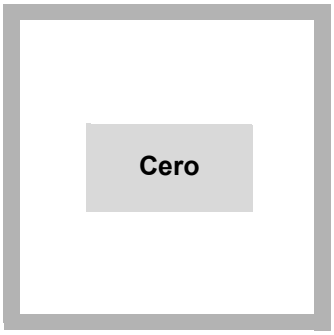


10. La muestra preparada: verter un volumen adicional de la mezcla hasta la marca de 10 mL en otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL.

11. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 5 minutos.

12. Menos de 5 minutos después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.



13. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.004 mg/L Al^{3+}

Este test utiliza un punto de intercepción no nulo para la curva de calibrado.

14. Inmediatamente limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada). Colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

15. *En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Al^{3+}**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Acidez	Mayor que 62 mg/L en $CaCO_3$
Alcalinidad	Mayor que 750 mg/L en $CaCO_3$
Ca^{2+}	Mayor que 1000 mg/L en $CaCO_3$
Cl^-	Mayor que 1000 mg/L
Cr^{6+}	0,2 mg/L (el error es de –5 % de la lectura)
Cu^{2+}	2 mg/L (el error es de –5 % de la lectura)
Fe^{2+}	Mayor que 4 mg/L (el error es positivo y = mg/L Fe^{2+} x 0,0075)
Fe^{3+}	Mayor que 4 mg/L (el error es positivo y = mg/L Fe^{3+} x 0,0075)
F^-	Véase la tabla 2 en página 5
Hexametafosfato	0,1 mg/L en PO_4^{3-} (el error es de –5 % de la lectura)
Mg^{2+}	Mayor que 1000 mg/L en $CaCO_3$
Mn^{2+}	Mayor que 10 mg/L
NO_2^-	Mayor que 5 mg/L
NO_3^-	Mayor que 20 mg/L
pH	2,9 – 4,9 o 7,5 – 11,5. Un pH entre 4,9 y 7,5 provoca la conversión parcial del aluminio disuelto en formas coloidales e insolubles. Este método determina en gran medida este alumino difícil de determinar, sin tener que ajustar previamente el pH. A veces este procedimiento resulta necesario si se utilizan otras técnicas.
PO_4^{3-} (ortho)	4 mg/L (el error es de –5 % de la lectura)
Polifosfato	Véase procedimiento abajo

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
SO_4^{2-}	Mayor que 1000 mg/L
Zn^{2+}	Mayor que 10 mg/L

Se puede reducir la interferencia del polifosfato convirtiéndolo en ortofosfato con el siguiente tratamiento:

a. Aclarar un tubo mezclador graduado de 50 mL y un Erlenmeyer de 125 mL que contenga una barra agitadora magnética con ácido clorhídrico 6,0 N*. Aclarar de nuevo con agua desionizada. De este modo se eliminarán todos los restos de aluminio presentes.

Nota: *Aclarar los dos Erlenmeyer si efectúa un blanco de reactivo. Véase paso b abajo.*

b. Medir 50 mL de agua desionizada en el tubo y verter esta muestra en el matraz Erlenmeyer de 125 mL. Este es el blanco de reactivo. Debido a la sensibilidad del método, efectuar esta fase cuando sustituya alguno de los reactivos utilizados en el siguiente tratamiento previo incluso si el nuevo reactivo tiene el mismo número de lote. Cuando se ha analizado la muestra pretratada, corríjase la concentración de aluminio del blanco de reactivo; para ello pulsar **Opciones>Más…** y, a continuación, **Blanco de reactivo.** Pulsar **Encendido**. Introducir el valor del blanco de reactivo y pulsar **OK**.

c. Medir 50 mL de muestra en el tubo mezclador y verter en el matraz Erlenmeyer de 125 mL. Utilizar una cantidad pequeña de agua desionizada para aclarar la probeta y añadir el agua del aclarado en el frasco.

d. Añadir 4,0 mL de ácido sulfúrico 5,25 N*.

e. Colocar el matraz sobre un agitador con placas calefactoras para hervir bajo agitación al menos durante 30 minutos. Añadir agua desionizada de vez en cuando para mantener el volumen entre 20 – 40 mL. No evaporar en seco.

f. Enfriar la solución a temperatura ambiente.

g. Añadir 2 gotas de solución de indicador Azul de bromofenol*.

h. Añadir 1,5 mL de hidróxido de potasio 12,0 N con el gotero de plástico graduado. Agitar para mezclar. La solución debe ser de color amarillo o verde pero nunca violeta. Si es de color violeta, volver a comenzar en la fase a utilizando 1 mL más de ácido sulfúrico* en la fase d.

i. Mientras continúa agitando el matraz, añadir potasa 1,0 N* gota a gota hasta que aparezca un color verde sucio.

j. Verter la solución en el tubo mezclador graduado. Aclarar el matraz con agua desionizada y añadir los aclarados hasta conseguir un volumen de 50 mL.

k. Utilizar 20 mL de esta solución en el paso 3 del método ECR.

*En la pág. 7 encontrará "Reactivos opcionales".

Se puede corregir la interferencia de los fluoruros siguiendo la tabla siguiente.

Ejemplo:
Si la concentración de fluoruro es de: 1,00 mg/L F^- y el método de lectura ECR da una lectura de 0,060 mg/L, ¿cuál sería la concentración de aluminio?

Se pueden encontrar valores intermedios por interpolación. No utilizar tablas o gráficos que aparezcan en otras publicaciones.

Repuesto: 0,183 mg/L

Tabla 2 Concentración de fluoruro (mg/L)

(mg/L)	0,00	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00	1,20	1,40	1,60	1,80	2,00
0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
0,010	0,010	0,019	0,030	0,040	0,052	0,068	0,081	0,094	0,105	0,117	0,131
0,020	0,020	0,032	0,046	0,061	0,077	0,099	0,117	0,137	0,152	0,173	0,193
0,030	0,030	0,045	0,061	0,077	0,098	0,124	0,146	0,166	0,188	0,214	0,243
0,040	0,040	0,058	0,076	0,093	0,120	0,147	0,174	0,192	0,222	—	—
0,050	0,050	0,068	0,087	0,109	0,135	0,165	0,188	0,217	—	—	—
0,060	0,060	0,079	0,100	0,123	0,153	0,183	0,210	0,241	—	—	—
0,070	0,070	0,090	0,113	0,137	0,168	0,201	0,230	—	—	—	—
0,080	0,080	0,102	0,125	0,152	0,184	0,219	—	—	—	—	—
0,090	0,090	0,113	0,138	0,166	0,200	0,237	—	—	—	—	—
0,100	0,100	0,124	0,150	0,180	0,215	—	—	—	—	—	—
0,120	0,120	0,146	0,176	0,209	0,246	—	—	—	—	—	—
0,140	0,140	0,169	0,201	0,238	—	—	—	—	—	—	—
0,160	0,160	0,191	0,226	—	—	—	—	—	—	—	—
0,180	0,180	0,213	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,200	0,200	0,235	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,220	0,220	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,240	0,240	Concentración real de aluminio (mg/L)									

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico limpias. Ajustar el pH a 2 o menos con ácido nítrico* (1,5 mL por litro aproximadamente). Las muestras preparadas pueden almacenarse hasta 6 meses a temperatura ambiente. Antes del análisis, ajustar el pH entre 2,9 y 4,9 con hidróxido de potasio 12,0 N* y/o hidróxido de sodio 1 N*.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

*En la pág. 7 encontrará "Reactivos opcionales".

Comprobación de la precisión

Ajuste del patrón
Preparar una solución patrón de aluminio de 0,100 mg/L, como sigue:

1. Al utilizar artículos de vidrio de clase A, preparar una solución patrón de aluminio de 0,100 mg/L añadiendo con la pipeta 1,00 mL de solución patrón de aluminio de 100 mg/L Al^{3+} a un frasco volumétrico de 1000 mL. Diluir hasta la marca de 1000 mL con agua desionizada. Preparar esta solución cada día. Efectuar la técnica de análisis como se describe anteriormente.

   O

   Añadir con una pipeta TenSette 2,0 mL de solución de una ampolla Voluette patrón (50 mg/L Al) en un frasco volumétrico de 1000 mL. Diluir hasta la marca de 1000 mL con agua desionizada. Preparar esta solución cada día. Efectuar la técnica de análisis como se describe anteriormente.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 0,100 mg/L Al, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **On**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Resumen del principo operativo

La cianina eriocromo R se combina con el aluminio en la muestra y forma un color rojo-naranja. La intensidad del color es proporcional a la concentración de aluminio. Los resultados del ensayo se miden a 535 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Set de reactivo de aluminio (100 Tests), incluye:	—	—	26037-00
Sobres de reactivo ECR en polvo	1	100/paquete	26038-49
Sobres de reactivo tampón hexametileno tetramina en polvo	1	100/paquete	26039-99
Tampón enmascarador ECR en solución	1 gota	25 mL SCDB	23801-23

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Tubo mezclador, graduado, 25 mL con tapón de vidrio	1	cada uno	1896-40
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02
Termómetro, –10 a +110 °C	—	cada uno	1877-01

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de aluminio, 100 mg/L Al^{3+}	100 mL	14174-42

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de aluminio, 10 mL ampolla Voluette, 50 mg/L Al	16/paquete	14792-10
Agua desionizada	4 L	272-56

Reactivos opcionales

Descripción	Unidad	Ref.
Solución de indicador Azul de bromofenol	100 mL	14552-32
Ácido clorhídrico, 6,0 N	500 mL	884-49
Ácido nítrico, 1:1	500 mL	2540-49
Solución de hidróxido de potasio, 12,0 N	100 mL	230-32
Solución de hidróxido de potasio, 1,0 N	50 mL	23144-26
Solución de hidróxido de sodio, 5,0 N	50 mL	2450-26
Àcido sulfúrico, 5,25 N	100 mL	2449-32

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Cloro, libre

★Método 8021 — Método DPD[1]

Sobres de reactivo en polvo o ampollas AccuVac — (0,02 – 2,00 mg/L)

Campo de aplicación: Análisis de cloro libre (ácido hipocloroso y de ión hipoclorito) en agua, agua tratada, agua de estuarios y agua de mar. Aceptado por la USEPA (United States Environmental Protection Agency – Agencia de Protección Ambiental de los EE.UU.) para análisis de aguas potables.[2]

[1] Adaptación de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*

[2] El procedimiento es equivalente al método 330.5 de USEPA y al método estándar 4500-Cl G para aguas potabales.

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Las muestras deben ser analizadas inmediatamente y no pueden conservarse para un futuro análisis.
Si la prueba sale de los límites, diluir la muestra con un volumen conocido de agua sin demanda de cloro y de buena calidad, y repetir la prueba. Debido a la dilución puede producirse cierta pérdida de cloro. Multiplicar el resultado por el factor de dilución. Como alternativa, las muestras con altas concentraciones de cloro pueden ser analizadas directamente sin dilución utilizando el método 10069 Cloro, Libre HR.
En el paso 6 se puede utilizar el dispensador SwifTest para Cloro Libre en lugar de las sobres de reactivo.

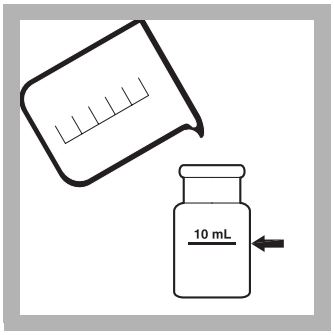
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Análisis con sobres de reactivo en polvo:	
Sobres de reactivo de cloro libre DPD en polvo	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Análisis con ampollas AccuVac:	
Ampollas AccuVac de reactivo de cloro libre DPD	1
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas	1

Nota: *En la pág. 6 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

Sobres de reactivo en polvo — Método 8021

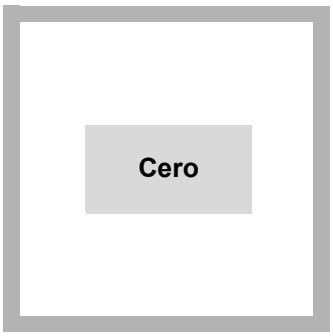
1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



3. Preparación del blanco: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

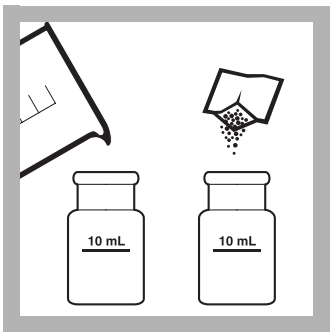
4. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.



5. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

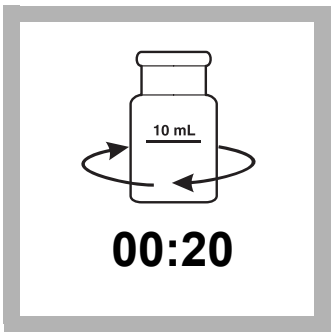
La pantalla indicará:

0.00 mg/L Cl_2



6. La muestra preparada: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Añadir el contenido de un sobre de reactivo DPD para cloro libre a la cubeta.



7. Agitar, con rotación, la cubeta que contiene la muestra preparada durante 20 segundos.

En presencia de cloro aparecerá un color rosa, después de la adición del reactivo. Inmediamente efectuar el paso 8.

8. Menos de un minuto después de la adición del reactivo, limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada). Colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

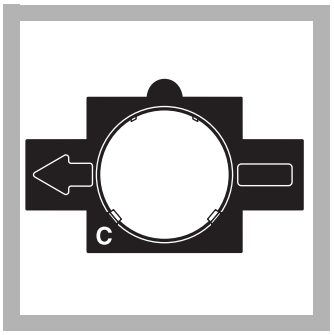
*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Cl_2**

Ampollas AccuVac — Método 8021

1. Seleccionar el test.



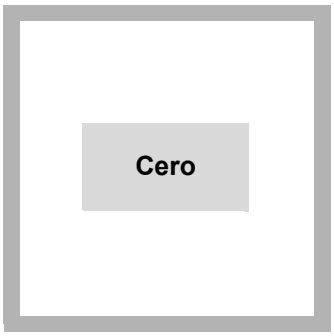
2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.

3. Preparación del blanco: llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Tapar la cubeta.

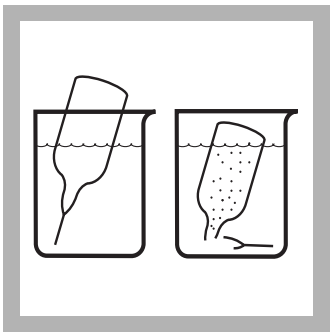
4. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.



5. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

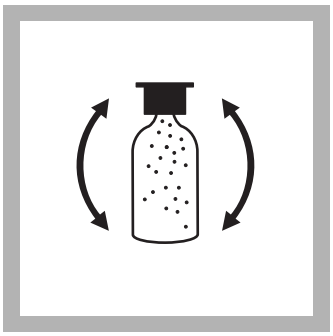
0.00 mg/L Cl_2



6. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar con muestra una ampolla AccuVac de reactivo DPD de cloro libre.

Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.



7. Invertir la ampolla rápidamente varias veces para mezclar.

8. Menos de un minuto después de la adición del reactivo, limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Cl_2**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Acidez	Mayor que 150 mg/L en $CaCO_3$. El color no se desarrollará totalmente o éste desaparecerá rápidamente. Neutralizar estas muestras con un pH de 6 a 7 con hidróxido de sodio 1 N[1]. Determinar la cantidad necesaria en una muestra separada. Añadir la misma cantidad a la muestra que va a ser analizada. Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen diviendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.
Alcalinidad	Mayor que 250 mg/L en $CaCO_3$. El color no se desarrollará totalmente o éste desaparecerá rápidamente. Neutralizar estas muestras con un pH de 6 a 7 con ácido sulfúrico 1 N[1]. Determinar la cantidad necesaria en una muestra separada. Añadir la misma cantidad a la muestra que va a ser analizada. Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen diviendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.
Bromo, Br_2	Interfiere a todos los niveles
Cloraminas orgánicas	Pueden interferir
Dióxido de cloro, ClO_2	Interfiere a todos los niveles
Dureza	No afecta a niveles inferiores a 1000 mg/L como $CaCO_3$
Manganeso, oxidado (Mn^{4+}, Mn^{7+}) o Cromo, oxidado (Cr^{6+})	**1.** Ajustar el pH entre 6 y 7. **2.** Añadir 3 gotas de yoduro de potasio[1] (30 g/L) a 10 mL de muestra. **3.** Mezclar y esperar un minuto. **4.** Añadir 3 gotas de arsenito de sodio[1], [2] (5 g/L) y agitar para mezclar. **5.** Analizar 10 mL de la muestra de la manera que se describe en el procedimiento. Restar el resultado de esta prueba del análisis inicial para obtener el resultado exacto del cloro.
Monocloramina	Provoca una deriva gradual hacia lecturas más altas. Cuando la medición se realiza dentro del minuto siguiente a la adición de reactivo, 3 mg/L de monocloramina producen un incremento inferior a 0,1 mg/L de la lectura.
Ozono	Interfiere a todos los niveles
Peróxidos	Pueden interferir
pH, exceso de tamponaje	Ajustar a un pH de 6 – 7 con ácido sulfúrico 1,000 N[1] o con hidróxido de sodio 1,00 N[1].
Yodo, I_2	Interfiere a todos los niveles

[1] En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

[2] Las muestras tratadas con arsenito sódico debido a interferencias por el manganeso o el cromo producirán residuos peligrosos según lo dispuesto en la "Federal RCRA" (Resource Conservation and Recovery Act/Ley Federal sobre la Conservación y Recuperación de Recursos) respecto del arsénico (D004). Productos químicos y soluciones para análisis deben descartarse de acuerdo a los reglamentos nacionales pertinentes. Los empaques de los productos deben descartarse según los reglamentos específicos del país o ser sometidos a un sistema de retorno.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Analizar el cloro de las muestras inmediatamente después de recogerlas. El cloro es un agente fuertemente oxidante, inestable en las aguas naturales. Reacciona rápidamente con diversos compuestos inorgánicos pero oxida los compuestos orgánicos con mayor lentitud. Muchos factores, entre los que se encuentran las concentraciones de reactante, la luz solar, el pH, la temperatura y la salinidad, influyen en la descomposición del cloro en el agua.

No utilizar recipientes de plástico para recoger muestras para su análisis, puesto que con frecuencia los mismos tienen una alta demanda de cloro. Tratar previamente los recipientes de análisis de vidrio para eliminar toda demanda de cloro remojándolos en una solución de lejía diluida (1 mL de lejía comercial en 1 litro de agua desionizada) durante por lo menos una hora.

Enjuagar concienzudamente con agua desionizada o destilada. Si después de cada uso, los recipientes de análisis se enjuagan concienzudamente con agua desionizada o destilada, el tratamiento previo de los mismos sólo será necesario ocasionalmente.

Durante el análisis, procure no utilizar las mismas cubetas para las muestras para el cloro libre y el cloro total. La monocloramina interferirá en el análisis si los restos de yoduro del reactivo cloro total contaminan una muestra para el análisis del cloro libre. Se recomienda utilizar cubetas separadas reservadas para la determinación del cloro libre y del cloro total.

Un error frecuente en los ensayos de cloro es la no obtención de una muestra representativa. Si la muestra se toma del grifo, dejar correr el agua por lo menos durante 5 minutos con el fin de asegurar una muestra representativa. Dejar que el recipiente rebose varias veces con la muestra, después tapar los recipientes de forma que no quede nada de espacio (aire) encima de la muestra. Si el muestreo se realiza con una cubeta de análisis, enjuagar ésta varias veces con la muestra y después llenar con cuidado hasta la marca de 10 mL. Llevar a cabo inmediatamente el análisis de cloro.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un teclado. Introducir la concentración media de cloro que se indica en el certificado que se adjunta con las ampollas de cloro Voluette*. Pulsar **OK**.

3. Aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Romper el cuello de una ampolla Voluette de solución patrón de cloro para rango bajo, 25 – 30 mg/L Cl_2.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores. Llenar los tubos hasta la marca de 10 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

Nota: *Para las ampollas AccuVac, añadir 0,4 mL, 0,8 mL y 1,2 mL del patrón a cada uno de los tres tubos mezcladores de 50 mL. Llenar los tubos hasta la marca de 50 mL con la muestra. Trasvasar 40 mL de cada uno de los tres tubos mezcladores a tres vasos de precipitados de 50 mL. Analizar la muestra tras cada adición de patrón, siguiendo el proceso antes descrito. Aceptar la medida de cada adición de patrón, pulsando* ***Medición****. Cada adición deberá reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.*

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Resumen del principo operativo

El cloro presente en la muestra en forma de ácido hipocloroso y/o de ión hipoclorito (cloro libre o cloro libre disponible) reacciona inmediatamente con el DPD (N,N-dietil p-fenileno-diamina) a la vez que el cloro libre presente en la muestra para formar un color rosa proporcional a la concentración de cloro. Los resultados del ensayo se miden a 530 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Sobres de reactivo de cloro libre DPD en polvo, 10 mL	1	100/paquete	21055-69
O			
Ampollas AccuVac de reactivo de cloro libre DPD	1		25020-25

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas	1	cada uno	21228-00

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de cloro, 2 mL ampollas Voluette, 25 – 30 mg/L	20/paquete	26300-20

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Unidad	Ref.
Agua sin demanda de cloro	–	26415-49
Tubo mezclador, graduado	25 mL	20886-40
Tubo mezclador, graduado	50 mL	1896-41
Hidróxido de sodio, 1 N	100 mL	1045-32
Àcido sulfúrico, 1 N	100 mL	1270-32
Yoduro de potasio, 30 g/L	100 mL	343-32
Arsenito de sodio, 5 g/L	100 mL	1047-32
Dispensador SwifTest para Cloro Libre	–	28023-00

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Cloro, Total

★Método 8167 — Método DPD[1]

Sobres de reactivo en polvo o ampollas AccuVac — (0,02 – 2,00 mg/L)

Campo de aplicación: Para analizar cloro residual y cloraminas en agua, aguas residuales, agua de estuarios y agua de mar; aceptado por la USEPA (United States Environmental Protection Agency – Agencia de Protección Ambiental de los EE.UU.) para análisis de aguas potables y aguas residuales.[2]

[1] Adaptación de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*

[2] El procedimiento es equivalente al método 330.5 de USEPA y al método estándar 4500-Cl G für para aguas potabales y aguas residuales.

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Las muestras deben ser analizadas inmediatamente y no pueden conservarse para un futuro análisis.
Si la prueba sale de los límites, diluir la muestra con un volumen conocido de agua sin demanda de cloro y de buena calidad, y repetir la prueba. Debido a la dilución puede producirse cierta pérdida de cloro. Multiplicar el resultado por el factor de dilución. Como alternativa, las muestras con altas concentraciones de cloro pueden ser analizadas directamente sin dilución utilizando el método 10070 Cloro, Total HR.
En presencia de cloro aparecerá un color rosa, después de la adición del reactivo DPD.
Para el control de la desinfección por cloraminación, empléese el Método 10172, rango bajo (programa-número 66) o rango alto (programa-número 67).
En el paso 4 se puede utilizar el dispensador SwifTest para Cloro Total en lugar de los sobres de reactivo.

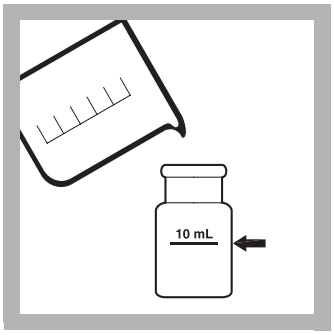
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Análisis con sobres de reactivo en polvo	
Sobres de reactivo de cloro total DPD en polvo, 10 mL	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Análisis con ampollas AccuVac:	
Recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL	40 mL
Ampollas AccuVac de reactivo de cloro total DPD	1
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1

Nota: *En la pág. 7 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

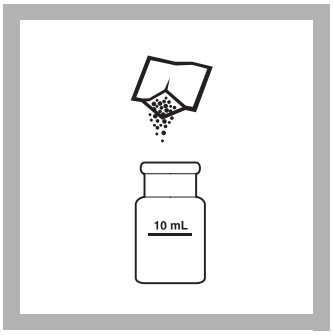
Sobres de reactivo en polvo — Método 8167

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



3. Llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

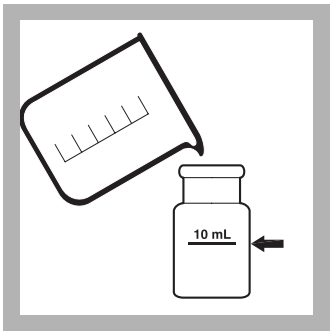


4. La muestra preparada: añadir el contenido de un sobre de reactivo DPD para cloro total en polvo a la cubeta.

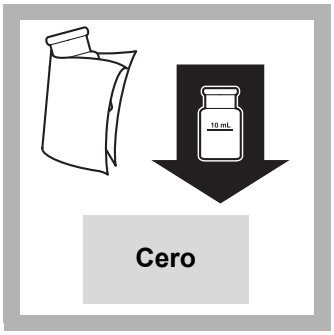
Agitar, con rotación, durante 20 segundos.

5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 3 minutos. Durante este tiempo efectuar los pasos 6 y 7 del procedimiento.



6. Preparación del blanco: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



7. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L Cl_2

8. Dentro de los 3 minutos después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

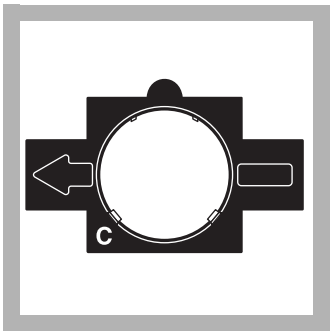
*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Cl_2**

Ampollas AccuVac — Método 8167

1. Seleccionar el test.

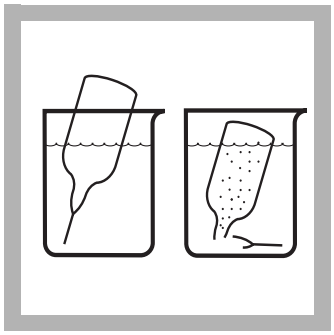


2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.

3. Preparación del blanco: llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

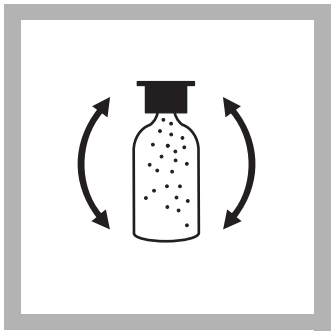
Tapar la cubeta.



4. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar con muestra una ampolla AccuVac de reactivo DPD de cloro total.

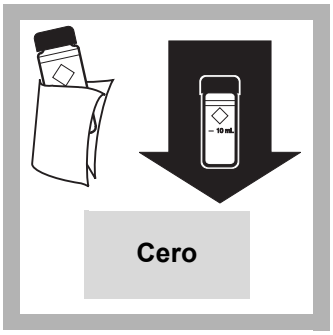
Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.



5. Invertir la ampolla rápidamente varias veces para mezclar.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 3 minutos. Durante este tiempo efectuar los pasos 7 y 8 del procedimiento.



7. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L Cl_2

8. Dentro de los 3 minutos después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Cl_2**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Acidez	Mayor que 150 mg/L en $CaCO_3$. El color no se desarrollará totalmente o éste desaparecerá rápidamente. Neutralizar estas muestras con un pH de 6 a 7 con hidróxido de sodio 1 N[1]. Determinar la cantidad necesaria en una muestra separada. Añadir la misma cantidad a la muestra que va a ser analizada. Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen diviendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.
Alcalinidad	Mayor que 300 mg/L en $CaCO_3$. El color no se desarrollará totalmente o éste desaparecerá rápidamente. Neutralizar estas muestras con un pH de 6 a 7 con ácido sulfúrico 1 N[1]. Determinar la cantidad necesaria en una muestra separada. Añadir la misma cantidad a la muestra que va a ser analizada. Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen diviendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.
Bromo, Br_2	Interfiere a todos los niveles
Cloraminas orgánicas	Pueden interferir
Dióxido de cloro, ClO_2	Interfiere a todos los niveles
Dureza	No afecta a niveles inferiores a 1000 mg/L como $CaCO_3$

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Manganeso, oxidado (Mn^{4+}, Mn^{7+}) o Cromo, oxidado (Cr^{6+})	**1.** Ajustar el pH entre 6 y 7. **2.** Añadir 3 gotas de yoduro de potasio[1] (30 g/L) a 25 mL de muestra. **3.** Mezclar y esperar un minuto. **4.** Añadir 3 gotas de arsenito de sodio[1], [2] (5 g/L) y agitar para mezclar. **5.** Analizar 10 mL de la muestra de la manera que se describe en el procedimiento. Restar el resultado de esta prueba del análisis inicial para obtener el resultado exacto del cloro.
Ozono	Interfiere a todos los niveles
Peróxidos	Pueden interferir
pH extremo de la muestra, exceso de tamponaje	Ajustar a un pH de 6 – 7 con ácido sulfúrico 1,000 N[1] o con hidróxido de sodio 1,00 N[1].
Yodo, I_2	Interfiere a todos los niveles

[1] En la pág. 7 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

[2] Las muestras tratadas con arsenito sódico debido a interferencias por el manganeso o el cromo producirán residuos peligrosos según lo dispuesto en la "Federal RCRA" (Resource Conservation and Recovery Act/Ley Federal sobre la Conservación y Recuperación de Recursos) respecto del arsénico (D004). Productos químicos y soluciones para análisis deben descartarse de acuerdo a los reglamentos nacionales pertinentes. Los empaques de los productos deben descartarse según los reglamentos específicos del país o ser sometidos a un sistema de retorno.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Analizar el cloro de las muestras inmediatamente después de recogerlas. El cloro es un agente fuertemente oxidante, inestable en las aguas naturales. Reacciona rápidamente con diversos compuestos inorgánicos pero oxida los compuestos orgánicos con mayor lentitud. Muchos factores, entre los que se encuentran las concentraciones de reactante, la luz solar, el pH, la temperatura y la salinidad, influyen en la descomposición del cloro en el agua.

No utilizar recipientes de plástico para recoger muestras para su análisis, puesto que con frecuencia los mismos tienen una alta demanda de cloro. Tratar previamente los recipientes de análisis de vidrio para eliminar toda demanda de cloro remojándolos en una solución de lejía diluida (1 mL de lejía comercial en 1 litro de agua desionizada) durante por lo menos una hora. Enjuagar concienzudamente con agua desionizada o destilada. Si después de cada uso, los recipientes de análisis se enjuagan concienzudamente con agua desionizada o destilada, el tratamiento previo de los mismos sólo será necesario ocasionalmente.

Durante el análisis, procure no utilizar las mismas cubetas para las muestras de cloro libre y cloro total. La monocloramina interferirá en el análisis si los restos de yoduro del reactivo cloro total contaminan una muestra para el análisis del cloro libre. Se recomienda utilizar cubetas separadas reservadas para la determinación del cloro libre y del cloro total.

Un error frecuente en los ensayos de cloro es la no obtención de una muestra representativa. Si la muestra se toma del grifo, dejar correr el agua por lo menos durante 5 minutos con el fin de asegurar una muestra representativa. Dejar que el recipiente rebose varias veces con la muestra, después tapar los recipientes de forma que no quede nada de espacio (aire) encima de la muestra. Si el muestreo se realiza con una cubeta de análisis, enjuagar ésta varias veces con la muestra y después llenar con cuidado hasta la marca de 10 mL. Llevar a cabo inmediatamente el análisis de cloro.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un teclado. Introducir la concentración media de cloro que se indica en el certificado que se adjunta con las ampollas de cloro Voluette. Pulsar **OK**.

3. Aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Romper el cuello de una ampolla Voluette de solución patrón de cloro para rango bajo, 25 – 30 mg/L Cl_2.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores. Llenar los tubos hasta la marca de 10 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

Nota: *Para las ampollas AccuVac, añadir 0,4 mL, 0,8 mL y 1,2 mL del patrón a cada uno de los tres tubos mezcladores de 50 mL. Llenar los tubos hasta la marca de 50 mL con la muestra. Trasvasar 40 mL de cada uno de los tres tubos mezcladores a tres vasos de precipitados* de 50 mL. Analizar la muestra tras cada adición de patrón, siguiendo el proceso antes descrito. Aceptar la medida de cada adición de patrón, pulsando* ***Medición****. Cada adición deberá reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.*

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Resumen del principo operativo

El cloro puede estar presente en el agua como cloro libre y como cloro combinado. Ambas formas pueden existir en la misma agua y se pueden determinar conjuntamente como cloro total. El cloro libre está presente como ácido hipocloroso o ion hipoclorito. El cloro combinado existe como monocloramina, dicloramina, tricloruro de nitrógeno y otros cloroderivados. El cloro combinado oxida el yoduro presente en el reactivo, formando yodo. El yodo reacciona con la DPD (N,N-dietil-p-fenilenodiamina) y con el cloro libre presente en la muestra tornándola de un color rojo, que es proporcional a la concentración de cloro total. Para determinar la concentración de cloro combinado, realícense los análisis de cloro libre y de cloro total. Para obtener el cloro combinado, restar los resultados del análisis de cloro libre a los resultados del análisis de cloro total. Los resultados del ensayo se miden a 530 nm.

*En la pág. 7 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Sobres de reactivo de cloro total DPD en polvo, 10 mL	1	100/paquete	21056-69
O			
Ampollas AccuVac de reactivo de cloro total DPD	1	25/paquete	25030-25
Agua desionizada	variable	4 L	272-56

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H
Cubetas de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1	cada uno	21228-00

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de cloro, 2 mL ampollas Voluette, 25 – 30 mg/L	20/paquete	26300-20

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Vasos de precipitados, 50 mL	500-41H
Agua sin demanda de cloro	26415-49
Tubo mezclador, graduado, 25 mL	20886-40
Tubo mezclador, graduado, 50 mL	1896-41
Yoduro de potasio, 30 g/L	343-32
Arsenito de sodio, 5 g/L	1047-32
Hidróxido de sodio, 1 N	1045-32
Ácido sulfúrico, 1 N	1270-32
Dispensador SwifTest para Cloro Total	28024-00

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Cloruro

Método 8113

Método Tiocianato Mercúrico (0,1 – 25,0 mg/L Cl^-)

Campo de aplicación: Para agua y aguas residuales

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Antes de su análisis, filtrar las muestras turbias con un embudo y un filtro de papel medianamente rápido.
Tanto la muestra como el blanco contendrán mercurio (D009) en una concentración regulada como residuo peligroso por la Federal RCRA [Resource Conservation and Recovery Act / Ley Federal sobre la Conservación y Recuperación de Recursos]. No echar estas soluciones por el desagüe. Productos químicos y soluciones para análisis deben descartarse de acuerdo a los reglamentos nacionales pertinentes. Los empaques de los productos deben descartarse según los reglamentos específicos del país o ser sometidos a un sistema de retorno.

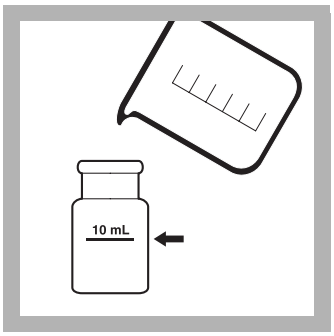
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Solución férrica	1 mL
Solución de tiocianato mercúrico	2 mL
Agua desionizada	10 mL
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Pipeta, TenSette, 0,1 – 1,0 mL	1
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 0,1 – 1,0 mL	1

Nota: *En la pág. 4 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

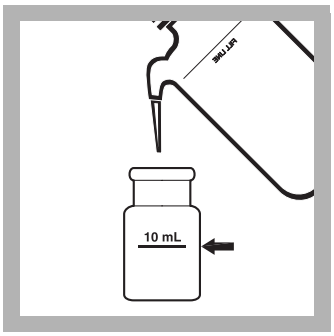
Tiocianato Mercúrico — Método 8113

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

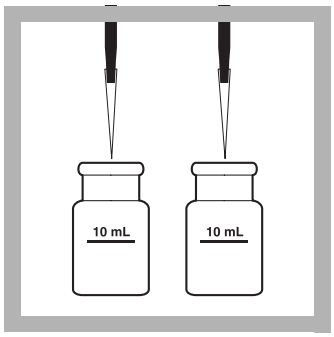
2. Seleccionar el test.



3. La muestra preparada: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

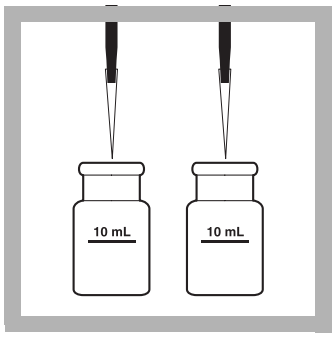


4. Preparación del blanco: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con agua desionizada.



5. Pipetear 0,8 mL de solución tiocianato mercúrico en cada cubeta.

6. Agitar, con rotación, para mezclar.

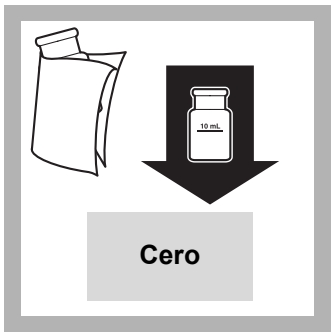


7. Pipetear 0,4 mL de solución férrica en cada cubeta.

8. Agitar, con rotación, para mezclar. En presencia de cloruro aparecerá un color anaranjado.

9. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 2 minutos.



10. Dentro de los 5 minutos después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior del blanco y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.0 mg/L Cl^-

11. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

12. *En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Cl^-**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
pH extremo	Tras la adición de reactivos, el pH de la muestra debe aproximarse a 2. Si la muestra tiene un elevado nivel de acidez o de alcalinidad, ajustar una parte de la muestra antes del análisis a un pH cercano al 7. Utilizar hidróxido de sodio[1] 5,0 N o una dilución a 1:5 de ácido perclórico. **Utilizar papel para determinación de pH** ya que la mayoría de los electrodos podrían contaminar la muestra con cloruros.

[1] En la pág. 4 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico. Las muestras conservadas se pueden almacenar hasta 28 días a temperatura ambiente.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones.*

4. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón de cloruro, 1000 mg/L Cl^-, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores de 50 mL. Llenar los tubos hasta la marca de 50 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

5. Analizar 10 mL de cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

6. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón
Preparar un solución patrón de cloruro de 20,0 mg/L como sigue:

1. Usando los artículos de vidrio clase A, pipetear 10,00 mL de un patrón de cloruro, 1000 mg/L, en un matraz volumétrico de 500 mL. Diluir hasta la marca de 500 mL con agua desionizada. Preparar esta solución cada día. Efectuar el procedimiento de la manera descrita.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 20,0 mg/L Cl^-, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Resumen del principo operativo

El cloruro presente en la muestra reacciona con el tiocianato mercúrico para formar cloruro mercúrico y liberar el ión tiocianato. Los iones tiocianatos reaccionan con los iones férricos para formar un compuesto naranja de tiocianato férrico. La concentración de este compuesto es proporcional a la concentración de cloruro. Los resultados del ensayo se miden a 455 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Set de reactivos de cloruro (50 Tests)[1], incluye:	–	cada uno	23198-00
(1) Solución férrica	1 mL	100 mL	22122-42
(1) Solución de tiocianato mercúrico	2 mL	200 mL	22121-29
Agua desionizada	10 mL	4 L	272-56

[1] 50 ensayos suponen 25 muestras y 25 blancos.

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02
Pipeta TenSette, 0,1 – 1,0 mL	1	cada uno	19700-01
Puntas para pipeta TenSette, 19700-01	variable	50/paquete	21856-96

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de cloruro, 1000 mg/L Cl^-	500 mL	183-49

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Solución patrón de cloruro, 2 mL ampolla Voluette, 12,500 mg/L Cl^-	14250-20
Tubo mezclador, graduado, 50 mL	1896-40
Filtro de papel	692-57
Embudo	1083-68
Ácido perclórico, ACS	757-65
Papel pH	391-33
Puntas para pipeta TenSette, 19700-01, 1000/paquete	21856-28
Pipeta volumétrica, clase A, 1,0 mL	14515-35
Pipeta volumétrica, clase A, 0,5 mL	14515-37
Pipeteador	14651-00
Solución patrón de hidróxido de sodio, 50 mL SCDB	2450-26

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Cobre

★Método 8506 y Método 8026 — Método Bicinchoninato[1]

Sobres de reactivo en polvo o ampollas AccuVac — (0,04 – 5,00 mg/L)

Campo de aplicación: Para agua, aguas residuales y agua de mar[2]; Método 8506 aceptado por la USEPA (United States Environmental Protection Agency – Agencia de Protección Ambiental de los EE.UU.) para análisis de aguas residuales (requiere destilación)[3]

[1] Adaptación de Nakano, S., *Yakugaku Zasshi*, 82 486-491 (1962) [*Chemical Abstracts,* 58 3390e (1963)]
[2] Requiere tratamiento previo; véase *Interferencias (sobres de reactivo en polvo)*
[3] *Federal Register*, 45 (105) 36166 (29 mayo,1980)

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
La determinación del cobre total requiere digestión previa.
Antes del análisis, ajustar el pH de las muestras conservadas con ácido a 4 – 6 con solución de hidróxido de potasio 8,0 N.
Si hay cobre presente, se formará un color violeta si la muestra se mezcla con el reactivo.
El polvo no disuelto no afecta a la precisión.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").

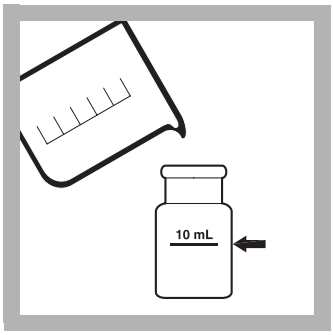
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Análisis con sobres de reactivo en polvo:	
Sobres de reactivo cobre CuVer 1 en polvo	1
Cubetas de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Análisis con ampollas AccuVac:	
Ampollas AccuVac de reactivo cobre CuVer 2	1
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas	1

Nota: *En la pág. 8 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

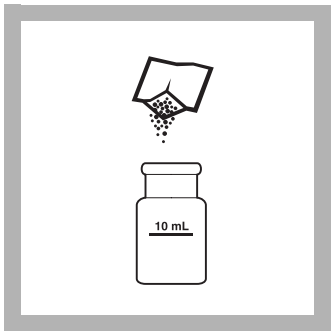
Sobres de reactivo en polvo — Método 8506

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



3. La muestra preparada: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

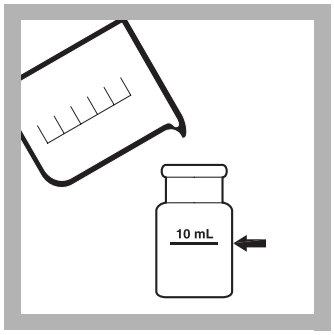


4. Añadir el contenido de un sobre de reactivo de cobre CuVer 1 en polvo. Agitar la cubeta varias veces, con rotación, para mezclar.

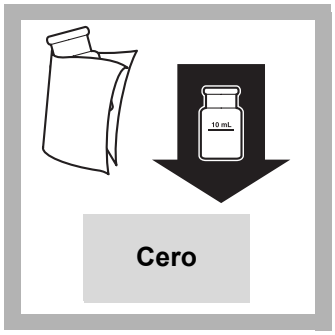
Utilizar un sobre de reactivo en polvo CuVer 2 y una cubeta de 25 ml para las muestras que contienen niveles altos de aluminio, hierro y dureza. Véase la Tabla 1.

5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 2 minutos.



6. Preparación del blanco: después de que suene el temporizador, llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



7. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L Cu

8. Dentro de los 30 minutos después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

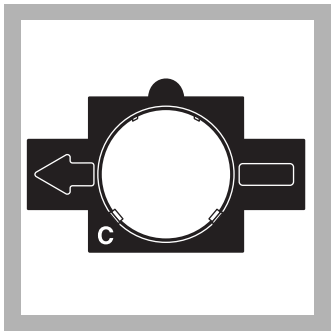
En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Cu**

Ampollas AccuVac — Método 8026

1. Seleccionar el test.

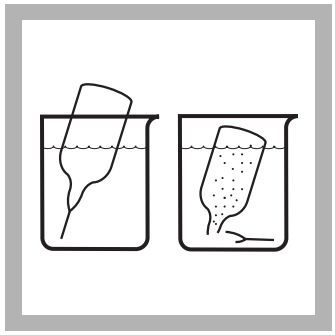


2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.

3. Preparación del blanco: llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

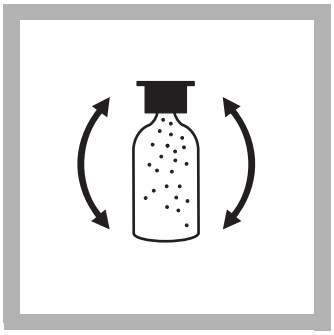
Tapar la cubeta.



4. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar con muestra una ampolla AccuVac de reactivo de cobre CuVer 2.

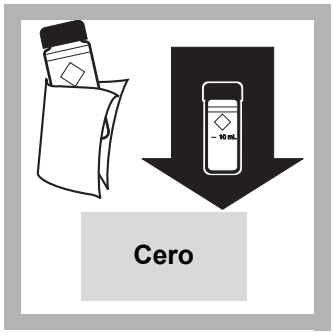
Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.



5. Invertir la ampolla rápidamente varias veces para mezclar.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 2 minutos.



7. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L Cu

8. Dentro de los 30 minutos después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Cu**

Interferencias

Para distinguir el cobre libre de aquel que forma un compuesto con el EDTA (ácido etilenodiaminotetraacético) u otros agentes acomplejantes, utilizar una cubeta circular de 25 mL y un sobre de reactivo de cobre libre en polvo en vez del sobre de reactivo CuVer 1 en polvo en el paso 4. Los resultados obtenidos en el paso 8 serán cobre libre sólamente. Agregar un sobre de reactivo de hidrosulfito en polvo a la misma muestra y repetir el análisis. El resultado del mismo incluirá el cobre disuelto total (libre y complejo). A diferencia del reactivo CuVer 1, los sobres de reactivo CuVer 2 en polvo y las ampollas AccuVac reaccionan directamente con el cobre que es transformado en complejo por quelantes tales como el EDTA.

Tabla 1 Interferencias y tratamientos (sobres de reactivo en polvo)

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Aluminio, Al^{3+}	Seguir el procedimiento del sobre de reactivo en polvo, pero sustituir un sobre de reactivo de cobre CuVer 2 en polvo por un sobre de reactivo de cobre CuVer 1 en polvo en el paso 4. Los resultados obtenidos incluirán el cobre total disuelto (libre y complejo). Utilizar una cubeta de 25 mL.
Acidez	Si la muestra es muy ácida (pH 2 o menos) puede formarse un precipitado. Añadir hidróxido de potasio 8,0 N gota a gota mientras agita, deberá ajustar el pH a más de 4 antes de efectuar el análisis. Efectuar el paso 3.
Cianuro, CN^-	Impide que el color se forme totalmente. Antes de añadir un sobre de reactivo de cobre CuVer 1 en polvo, añadir 0,2 mL de formaldehído a la muestra de 10 mL. Esperar 4 minutos antes de hacer la lectura. Multiplicar el resultado por 1,02 para corregir la dilución de la muestra con el formaldehído.
Hierro, Fe^{3+}	Seguir el procedimiento del sobre de reactivo en polvo, pero sustituir un sobre de reactivo de cobre CuVer 2 en polvo por un sobre de reactivo de cobre CuVer 1 en polvo en el paso 4. Los resultados obtenidos incluirán el cobre total disuelto (libre y complejo). Utilizar una cubeta de 25 mL.
Dureza	Seguir el procedimiento del sobre de reactivo en polvo, pero sustituir un sobre de reactivo de cobre CuVer 2 en polvo por un sobre de reactivo de cobre CuVer 1 en polvo en el paso 4. Los resultados obtenidos incluirán el cobre total disuelto (libre y complejo). Utilizar una cubeta de 25 mL.
Plata, Ag^+	Si la turbidez persiste y se vuelve negra, es probable que existan interferencias de plata. Añadir 10 gotas de solución saturada de cloruro de potasio a 75 mL de muestra y a continuación filtre la solución con un filtro muy fino. Utilizar la muestra filtrada en el procedimiento.

Tabla 2 Interferencias y tratamientos (ampollas AccuVac)

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Aluminio, Al^{3+}	Los reactivos aceptan las altas concentraciones.
Acidez	Si la muestra es muy ácida (pH 2 o menos) puede formarse un precipitado. Añadir hidróxido de potasio 8,0 N gota a gota mientras agita, deberá ajustar el pH a más de 4 antes de efectuar el análisis. Efectuar el paso 3.
Cianuro, CN^-	Impide que el color se forme totalmente. Antes de utilizar una ampolla AccuVac de reactivo de cobre CuVer 2, añadir 0,5 mL de formaldehído a la muestra de 25 mL. Esperar 4 minutos antes de hacer la lectura. Multiplicar el resultado por 1,02 para corregir la dilución de la muestra con el formaldehído.
Hierro, Fe^{3+}	Los reactivos aceptan las altas concentraciones.
Dureza	Los reactivos aceptan las altas concentraciones.
Plata, Ag^+	Si la turbidez persiste y se vuelve negra, es probable que existan interferencias de plata. Añadir 10 gotas de solución saturada de cloruro de potasio a 75 mL de muestra y a continuación filtre la solución con un filtro muy fino. Utilizar la muestra filtrada en el procedimiento.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico lavadas con ácido. Para el almacenamiento, ajustar el pH a 2 o un valor inferior con ácido nítrico (unos 2 mL por litro). Las muestras conservadas se pueden almacenar hasta un máximo de 6 meses a temperatura ambiente. Antes del análisis, ajustar el pH a un valor comprendido entre 4 – 6 con hidróxido de potasio 8,0 N. No exceder de pH 6 pues el cobre puede perderse como precipitado.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

Si sólo se va a controlar el cobre disuelto, filtrar la muestra inmediatamente después de recogerla y antes de la adición de ácido.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Romper el cuello de una ampolla Voluette de solución patrón de cobre, 12,5 mg/L Cu.

5. Preparar una adición de muestra de 0,1 mL, pipeteando 0,1 mL de solución patrón a la muestra sin adicionar. Pulsar el Símbolo de Temporizador y pulsar **OK**. Después de que suene el temporizador, pulsar **Medición**.

6. Preparar una adición de muestra de 0,2 mL, pipeteando 0,1 mL de solución patrón a la muestra con adición de 0,1 mL. Pulsar el Símbolo de Temporizador y pulsar **OK**. Después de que suene el temporizador, pulsar **Medición**.

7. Preparar una adición de muestra de 0,3 mL, pipeteando 0,1 mL de solución patrón a la muestra con adición de 0,2 mL. Pulsar el Símbolo de Temporizador y pulsar **OK**. Después de que suene el temporizador, pulsar **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

Nota: *Para las ampollas AccuVac, añadir 0,2 mL, 0,4 mL y 0,6 mL del patrón de cobre, 75 mg/L Cu, en ampolla Voluette, a cada uno de los tres tubos mezcladores de 50 mL. Llenar los tubos hasta la marca de 50 mL con la muestra. Trasvasar 40 mL de cada uno de los tres tubos mezcladores a tres vasos de precipitados de 50 mL. Analizar la muestra tras cada adición de patrón, siguiendo el proceso antes descrito. Aceptar la medida de cada adición de patrón, pulsando* ***Medición****. Cada adición deberá reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.*

8. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón

1. Usando los artículos de vidrio, clase A, pipetear 4,00 mL de un patrón de cobre, 100 mg/L Cu en un matraz volumétrico de 100 mL. Diluir hasta la marca de 100 mL con agua desionizada, tapar y invertir para mezclar. Efectuar el procedimiento de la manera descrita.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 4,00 mg/L Cu, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **On**. Pulsar **Ajustar** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajustar**.

Resumen del principo operativo

El cobre de la muestra reacciona con una sal de ácido bicinchonínico contenida en el reactivo de cobre CuVer 1 o CuVer 2 para formar un compuesto de color violeta proporcional a la concentración de cobre. Los resultados del ensayo se miden a 560 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Sobres de reactivo cobre CuVer 1 en polvo	1	100/paquete	21058-69
O			
Ampollas AccuVac de reactivo cobre CuVer 2	1	25/paquete	25040-25

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1	cada uno	21228-00

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de cobre, 100 mg/L Cu	100 mL	128-42
Solución patrón de cobre, ampolla Voluette, 12,5 mg/L Cu	16/paquete	21126-10
Solución patrón de cobre, 2 mL ampolla Voluette, 75 mg/L Cu	10/paquete	14247-10
Patrón de control de calidad del agua potable, parámetro mixto para los metales, rango bajo Cu, Fe, Mn	500 mL	28337-49
Patrón de control de calidad del agua potable, parámetro mixto para los metales, rango alto Cu, Fe, Mn	500 mL	28336-49

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Vaso de precipitados, 50 mL	500-41H
Sobres de reactivo CuVer 2, 25 mL	21882-99
Tubo mezclador, graduado	1896-41
Formaldehído	2059-32
Ácido nítrico, concentrado	152-49
Solución de cloruro de potasio	765-42
Solución patrón de hidróxido de potasio, 8 N	282-32H
Set de reactivo para cobre libre y total, incluye:	24392-00
Sobres de reactivo de hidrosulfito en polvo	21188-69
Sobres de reactivo de cobre libre en polvo	21823-69
Cubetas de análisis, 25 mL, con tapas roscadas	26126-02

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Cromo, hexavalente

★Método 8023 — Método 1,5 Difenil carbohidracida[1]

Sobres de reactivo en polvo o ampollas AccuVac — (0,010 – 0,700 mg/L Cr^{6+})

Campo de aplicación: Para agua y aguas residuales; aceptado por la USEPA (United States Environmental Protection Agency – Agencia de Protección Ambiental de los EE.UU.) para análisis de aguas residuales[2]

[1] Adaptación de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*

[2] El procedimiento es equivalente al método USGS 1-1230-85 para aguas residuales.

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").
En caso de que hubiese una concentración de cromo elevada, se formará un precipitado. Diluir la muestra en caso de necesidad.
Las muestras finales son muy ácidas. Neutralizar hasta un pH de 6 – 9 con una solución patrón de hidróxido sódico y echar al desagüe para su eliminación. Productos químicos y soluciones para análisis deben descartarse de acuerdo a los reglamentos nacionales pertinentes. Los empaques de los productos deben descartarse según los reglamentos específicos del país o ser sometidos a un sistema de retorno.

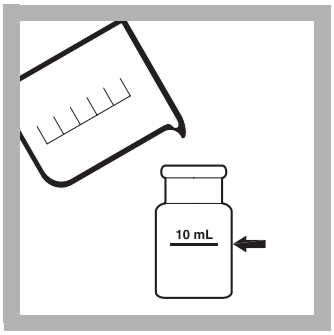
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Análisis con sobres de reactivo en polvo:	
Sobres de reactivo cromo ChromaVer 3 en polvo	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Análisis con ampollas AccuVac:	
Recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL	40 mL
Ampollas AccuVac de reactivo cromo ChromaVer 3	1
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas 4	1

Nota: *En la pág. 5 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

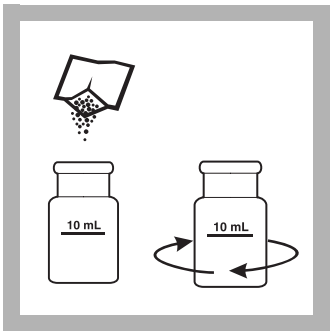
Sobres de reactivo en polvo — Método 8023

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



3. Llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

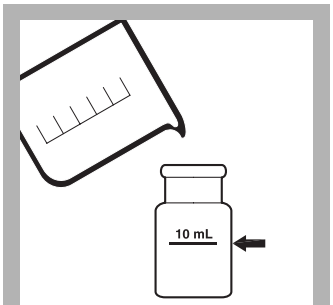


4. La muestra preparada: añadir el contenido de un sobre de reactivo de cobre ChromaVer 3 en polvo. Agitar, con rotación, para mezclar.

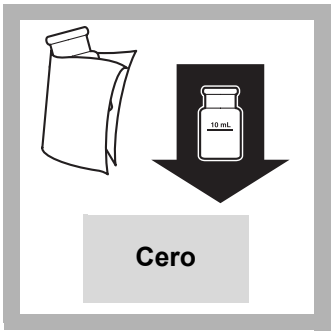
En presencia de cromo hexavalente, aparecerá un color violeta.

5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 5 minutos.



6. Preparación del blanco: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



7. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.000 mg/L Cr^{6+}

8. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

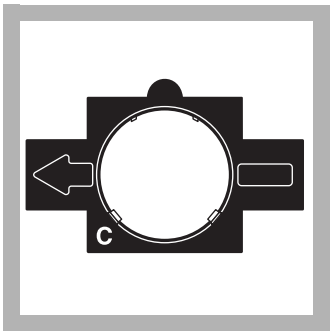
*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Cr^{6+}**

Ampollas AccuVac — Método 8023

1. Seleccionar el test.

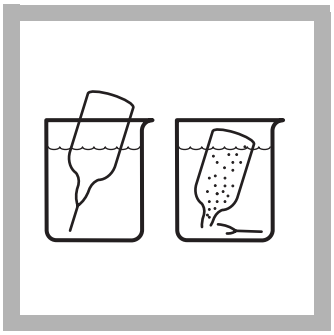


2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.

3. Preparación del blanco: llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

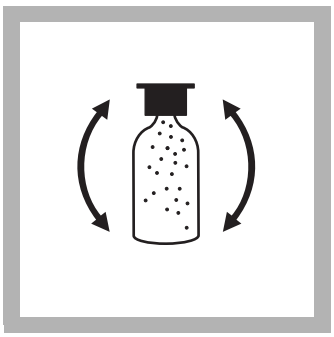
Tapar la cubeta.



4. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar una ampolla AccuVac ChromaVer 3 con muestra.

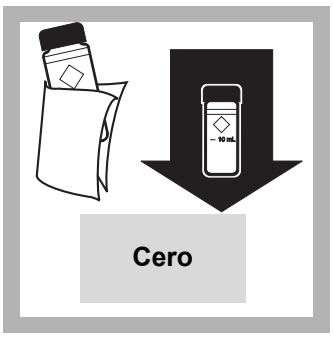
Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.



5. Invertir la ampolla rápidamente varias veces para mezclar.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 5 minutos.



7. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.000 mg/L Cr^{6+}

8. Limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Cr^{6+}**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Hierro	Puede interferir a niveles superiores a 1 mg/L
Iones Mercurio (I)- e Iones Mercurio (II)	Ligera interferencia
pH, exceso de tamponaje	Las muestras fuertemente tamponadas o con un pH extremo pueden superar el poder de tampón de los reactivos y por tanto pueden necesitar un tratamiento previo de la muestra.
Turbidez	Para las muestras turbias, tratar el blanco con el contenido de un sobre de reactivo ácido[1] en polvo. Este tratamiento asegura que toda la turbidez disuelta por el ácido contenido en el reactivo ChromaVer 3 se disolverá también en el blanco.
Vanadio	No afecta a niveles inferiores a 1 mg/L. La interferencia del vanadio puede eliminarse esperando 10 minutos antes de realizar la lectura.

[1] En la pág. 6 encontrará reactivos y materiales opcionales.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en recipientes de vidrio o de plástico limpios. Las muestras conservadas se pueden almacenar hasta un máximo de 24 horas a 4 °C (39 °F). Las muestras deben ser analizadas en un plazo de 24 horas.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento. Verificar la forma química.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones.*

4. Romper el cuello de una ampolla Voluette de solución patrón de cromo, 12,5 mg/L Cr^{6+}.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de patrón, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores de 25 mL. Llenar los tubos hasta la marca de 25 mL con la muestra y mezclar concienzudamente. Trasvasar 10 mL de cada solución en una cubeta de 10 mL y analizar cada muestra como se describe arriba.

Nota: *Para las ampollas AccuVac, añadir 0,2 mL, 0,4 mL y 0,6 mL del patrón a cada uno de los tres tubos mezcladores* de 50 mL. Llenar los tubos hasta la marca de 50 mL con la muestra. Trasvasar 40 mL de cada uno de los tres tubos mezcladores a tres vasos de precipitados de 50 mL. Analizar la muestra tras cada adición de patrón, siguiendo el proceso antes descrito. Aceptar la medida de cada adición de patrón, pulsando* ***Medición****. Cada adición deberá reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.*

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón

1. Preparar una solución patrón de 0,50 mg/L de Cr^{6+} pipeteando 5,00 mL de un patrón de 50 mg/L de cromo hexavalente en un matraz volumétrico, clase A, de 500 mL. Diluir hasta la marca de 500 mL con agua desionizada. Preparar esta solución cada día. Efectuar el procedimiento de la manera descrita.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 0,50 mg/L Cr^{6+}, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Resumen del principo operativo

El cromo hexavalente viene determinado por el método 1,5 Difenil carbohidracida mediante una fórmula de reactivo en polvo única denominada ChromaVer 3. Este reactivo contiene un tampón ácido que combinado con el difenil carbohidracida reacciona provocando un color violeta proporcional a la cantidad de cromo hexavalente. Los resultados del ensayo se miden a 540 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Sobres de reactivo cromo ChromaVer 3 en polvo	1	100/paquete	12710-99
O			
Ampollas AccuVac de reactivo cromo ChromaVer 3	1	25/paquete	25050-25
Agua desionizada	variable	4 L	272-56

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1	cada uno	21228-00

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón cromo hexavalente, ampolla Voluette, 12,5 mg/L Cr^{6+}	16/paquete	14256-10
Solución patrón cromo hexavalente, 50,0 mg/L Cr^{6+}	100 mL	810-42H

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Sobre de reactivo ácido en polvo	2126-99
Matraz volumétrico, clase A, 500 mL	14574-49
Pipeta, 5,00 mL	14515-37
Solución patrón de hidróxido de sodio	2450-26

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Cromo, total

Método 8024 Método de la oxidación alcalina por hipobromito[1, 2]

Sobres de reactivo en polvo (0,01 – 0,70 mg/L)

Campo de aplicación: Para agua y aguas residuales

[1] Adaptación de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*

[2] El procedimiento es equivalente al método estándar 3500-CRD para aguas residuales.

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").
Preparar un baño de agua hirviendo para el paso 5. Utilizar dediles para manipular las cubetas de análisis calientes.

Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Sobres de reactivo ácido en polvo	1
Sobres de reactivo cromo ChromaVer 3 en polvo	1
Sobres de reactivo cromo 1 en polvo	1
Sobres de reactivo cromo 2 en polvo	1
Placa caliente	1
Baño de agua y gradilla	
Dediles	variable
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Cubeta de análisis, circular, de una pulgada, 10, 20, 25 mL, con tapa	1

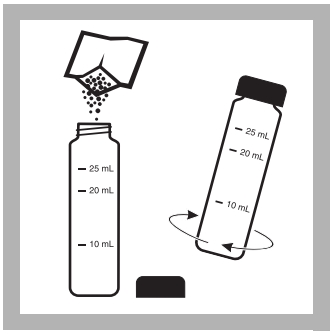
Nota: *En la pág. 5 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

Sobres de reactivo en polvo — Método 8024

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

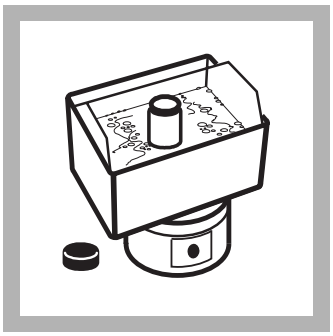
2. Seleccionar el test.

3. Llenar una cubeta circular de 25 mL hasta la marca de 25 mL con muestra.



4. La muestra preparada: añadir el contenido de un sobre de reactivo cromo 1 en polvo a la cubeta.

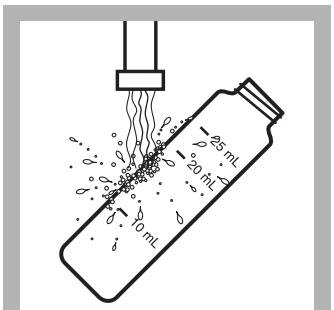
Tapar la cubeta y agitar, con rotación, para mezclar.



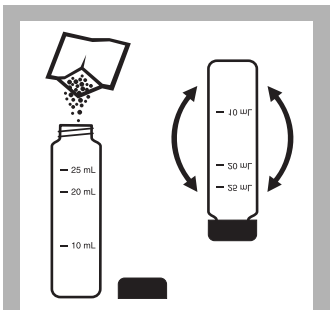
5. Colocar la muestra preparada en un baño de agua hirviendo.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 5 minutos.

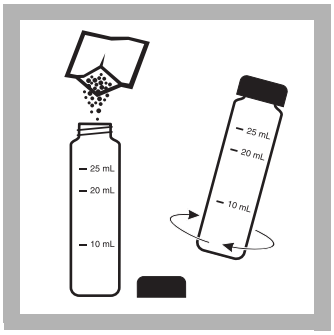


7. Después de que suene el temporizador, retirar la muestra preparada. Enfriar la cubeta hasta 25 °C utilizando agua corriente.



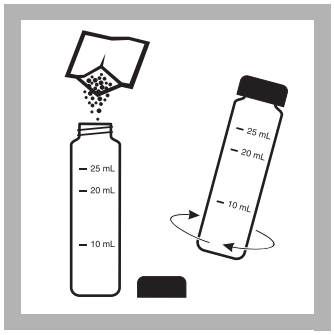
8. Añadir el contenido de un sobre de reactivo cromo 2 en polvo a la cubeta.

Tapar la cubeta y invertir para mezclar.



9. Añadir el contenido de un sobre de reactivo ácido en polvo a la cubeta.

Tapar la cubeta y agitar, con rotación, para mezclar.

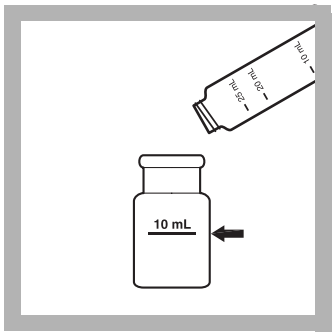


10. Añadir el contenido de un sobre de reactivo cromo ChromaVer 3 en polvo a la cubeta.

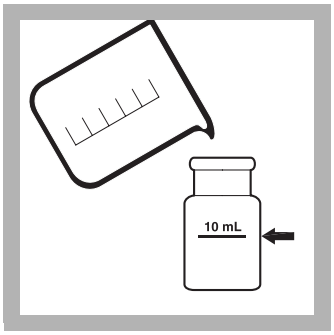
Tapar la cubeta y agitar, con rotación, para mezclar.

11. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 5 minutos.

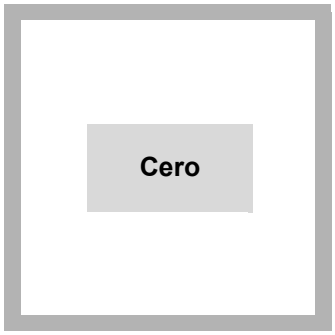


12. Durante el período de reacción, llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra preparada de la cubeta de 25 mL.



13. Preparación del blanco: después de que suene el temporizador, llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

14. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.



15. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L Cr

16. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Cr**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Materia orgánica	Puede inhibir la oxidación completa del cromo trivalente. En caso de concentración alta de materia orgánica en la muestra, se puede requerir digestión. Realizar el análisis, de la forma descrita, en la muestra digerida.
pH, exceso de tamponaje	Las muestras altamente tamponadas o con un pH extremo pueden superar el poder de tampón de los reactivos y por tanto pueden necesitar un tratamiento previo de la muestra.
Turbidez	Para las muestras turbias, tratar el blanco de 25 mL y la muestra de la misma forma durante los pasos 3 – 9.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico lavadas con ácido. Para el almacenamiento, ajustar el pH a 2 o un valor inferior con ácido nítrico, ACS (unos 2 mL por litro). Las muestras conservadas se pueden almacenar hasta un máximo de 6 meses a temperatura ambiente. Antes del análisis, ajustar el pH a un valor comprendido de 4 con hidróxido sódico 5,0 N.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento. Verificar la forma química.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Romper el cuello de una ampolla Voluette de solución patrón de cromo trivalente, 12,5 mg/L Cr^{3+}.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores*. Llenar los tubos hasta la marca de 25 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

* En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Ajuste del patrón

1. Preparar una solución patrón de cromo trivalente, 0,50 mg/L pipeteando 5,00 mL de solución patrón de cromo trivalente, 50 mg/L en Cr^{3+} en un matraz volumétrico de 500 mL. Llenar hasta la marca de 500 mL con agua desionizada. Preparar esta solución cada día. Efectuar la técnica de análisis como se describe anteriormente.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 0,50 mg/L Cr^{3+}, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Resumen del principo operativo

El cromo trivalente presente en la muestra es oxidado por el ion hipobromito, en condiciones alcalinas, a la forma hexavalente. La muestra se acidifica. El contenido de cromo total se determina mediante el método de 1,5-difenilcarbohidracida. El cromo trivalente se calcula restando los valores medidos de una determinación de cromo hexavalente a los resultados de una determinación de cromo total. Los resultados del ensayo se miden a 540 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Set de reactivo cromo total (100 Tests), incluye:	–	–	22425-00
Sobres de reactivo ácido en polvo	1	100/paquete	2126-99
Sobres de reactivo cromo ChromaVer 3 en polvo	1	100/paquete	12066-99
Sobres de reactivo cromo 1 en polvo	1	100/paquete	2043-99
Sobres de reactivo cromo 2 en polvo	1	100/paquete	2044-99

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02
Cubeta de análisis, circular, de una pulgada, 10, 20, 25 mL, con tapa	1	cada uno	24019-06
Placa caliente, 8,89 cm (3.5 pulgadas de diámetro), 120 V, 50/60 Hz	1	cada uno	12067-01
O			
Placa caliente, 10 cm, (4 pulgadas de diámetro) 240 V, 50/60 Hz	1	cada uno	12067-02
Baño de agua y gradilla	1	cada uno	1955-55

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón cromo trivalente, 50 mg/L Cr^{3+}	100 mL	14151-42
Solución patrón cromo trivalente, 10 mL ampolla Voluette, 12,5 mg/L Cr^{3+}	16/paquete	14257-10

Reactivos y materiales opcionale

Descripción	Ref.
Sobre de reactivo ácido en polvo	2126-99
Dediles	14647-02
Matraz volumétrico, clase A, 500 mL	14574-49
Pipeta volumétrica, clase A, 5,00 mL	14515-37

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Dióxido de Cloro

Método 8065

Método Rojo de Clorofenol[1]

(0,01 – 1,00 mg/L)

Campo de aplicación: Para agua y agua residuales

[1] Adaptación de Harp, Klein, and Schoonover, *Jour. Amer. Water Works Assn.*, 73 387–388 (1981).

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
El dióxido de cloro es inestable y volátil. Analizar las muestras inmediatamente después de recogerlas.
Para mayor exactitud, analizar las muestras a la misma temperatura.
Se puede utilizar una pipeta TenSette para dosificar el reactivo dióxido de cloro 1 y dióxido de cloro 3.

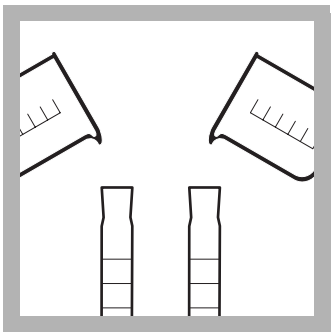
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Reactivo dióxido de cloro 1	2 mL
Reactivo dióxido de cloro 2	2 mL
Reactivo dióxido de cloro 3	2 mL
Sobres de reactivo reductor del cloro en polvo	1
Tubo mezclador, graduado, 50 mL	2
Pipeta, volumétrica, clase A, 1 mL	3
Pipeteador	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2

Nota: *En la pág. 4 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

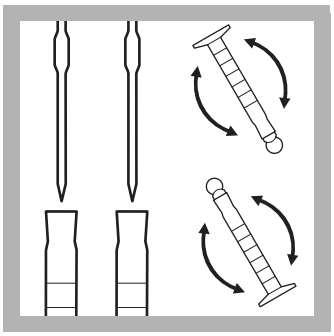
Sobres de reactivo en polvo — Método 8065

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

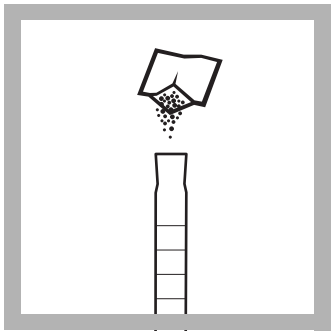
2. Seleccionar el test.



3. Llenar dos tubos mezclador graduados de 50 mL hasta la marca de 50 mL con la muestra.

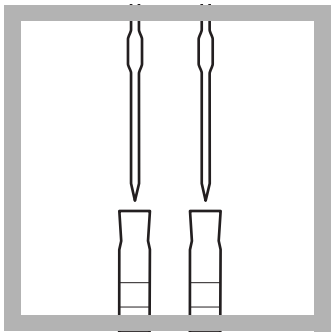


4. Utilizar una pipeta graduada de clase A y un pipeteador para añadir 1,0 mL de reactivo dióxido de cloro 1 a cada tubo. Tapar y invertir varias veces para mezclar.

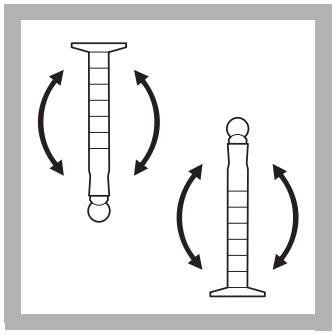


5. Preparación del blanco: añadir el contenido de un sobre de reactivo reductor del cloro a uno de los tubos. Tapar y invertir varias veces hasta su disolución. (Esta solución es el blanco).

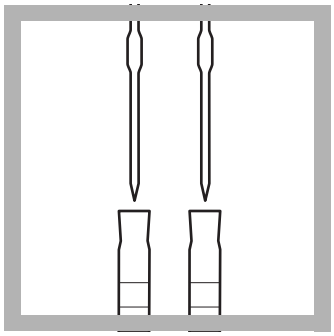
El segundo tubo, al que **no** se añade reactivo de decloración, es la muestra preparada.



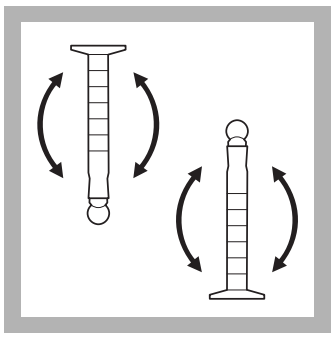
6. Utilizar una pipeta graduada de clase A para añadir exactamente 1,00 mL de reactivo dióxido de cloro 2 a cada tubo. Tapar los tubos.



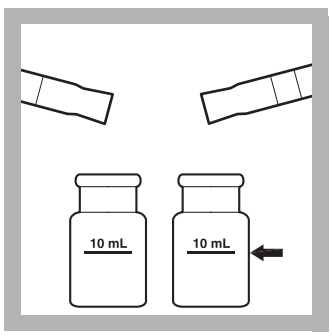
7. Invertir varias veces para mezclar.



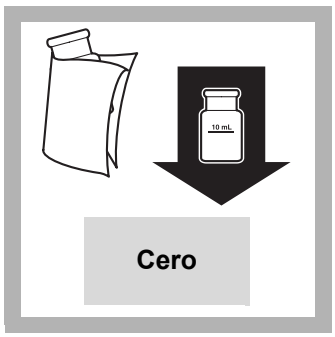
8. Utilizar una pipeta graduada de clase A para añadir exactamente 1,0 mL de reactivo dióxido de cloro 3 a cada tubo. Tapar los tubos.



9. Invertir varias veces para mezclar.



10. Verter 10 mL de cada tubo en dos cubetas cuadradas de una pulgada de 10 mL.



11. Limpiar bien el exterior del blanco y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L ClO_2

12. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L ClO_2**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Agua con un elevado nivel de acidez o de alcalinidad	Pueden necesitarse 2,0 mL de cada uno de los reactivos de dióxido de cloro 1 y de dióxido de cloro 3 en lugar de 1,0 mL.
ClO^-	Mayor que 5,5 mg/L
ClO_2^-	Mayor que 6 mg/L
ClO_3^-	Mayor que 6 mg/L
CrO_4^{2-}	Mayor que 3,6 mg/L
Dureza	Mayor que 1000 mg/L
Fe^{3+}	Mayor que 5 mg/L
Ozono	Mayor que 0,5 mg/L
Turbidez	Mayor que 1000 NTU

Muestreo, almacenamiento y preservación

Analizar el dióxido de cloro de las muestras inmediatamente después de recogerlas. El dióxido de cloro es un agente fuertemente oxidante, inestable en las aguas naturales. Reacciona rápidamente con diversos compuestos inorgánicos pero oxida los compuestos orgánicos con mayor lentitud. Muchos factores,entre los que se encuentran las concentraciones de reactante, la luz solar, el pH, la temperatura y la salinidad, influyen en la descomposición del dióxido de cloro en el agua.

No utilizar recipientes de plástico para recoger muestras para su análisis, puesto que con frecuencia los mismos tienen una alta demanda de dióxido de cloro. Tratar previamente los recipientes de análisis de vidrio para eliminar toda demanda de cloro o de dióxido de cloro remojándolos en una solución de lejía diluida (1 mL de lejía comercial en 1 litro de agua desionizada) durante por lo menos una hora. Enjuagar concienzudamente con agua desionizada o destilada. Si después de cada uso, los recipientes de análisis se enjuagan concienzudamente con agua desionizada o destilada, el tratamiento previo de los mismos sólo será necesario ocasionalmente.

Un error frecuente en los ensayos de dióxido de cloro es la no obtención de una muestra representativa. Si la muestra se toma del grifo, dejar correr el agua por lo menos durante 5 minutos con el fin de asegurar una muestra representativa. Dejar que el recipiente rebose varias veces con la muestra, después tapar los recipientes de forma que no quede nada de espacio (aire) encima de la muestra. Si el muestreo se realiza con una cubeta de análisis, enjuagar ésta varias veces con la muestra y después llenar con cuidado hasta la marca de 10 mL. Llevar a cabo inmediatamente el análisis de dióxido de cloro.

Comprobación de la precisión

Método con solución patrón

La preparación de patrones de dióxido de cloro es difícil y peligrosa. ¡Además, estos patrones son explosivos y volátiles! Sólo un químico experimentado debe preparar los patrones, para lo cual deberá utilizar adecuados sistemas de protección y tomar las precauciones habituales. Hach no recomienda la preparación de patrones de dióxido de cloro. En caso de necesitar preparaciones de patrones independientes, véanse las instrucciones en ”Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (Métodos normalizados para el análisis de aguas y aguas residuales)”, 20 ª ed., bajo los títulos ”Solución de reserva de dióxido de cloro”. Preparar una solución patrón de dióxido de cloro 0,50 mg/L.

Resumen del principo operativo

El dióxido de cloro (ClO_2) viene determinado por su combinación con el rojo de clorofenol de pH 5,2 para formar un complejo incoloro. Se produce una disminución del color proporcional a la concentración de dióxido de cloro. Este método es específico para el ClO_2 y es insensible a las demás formas activas del cloro o a los oxidantes moderados. Los resultados del ensayo se miden a 575 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Set de reactivos de dióxido de cloro (100 Tests), incluye:	–	cada uno	22423-00
(2) Reactivo dióxido de cloro 1	2 mL	100 mL	20700-42
(2) Reactivo dióxido de cloro 2	2 mL	100 mL	20701-42
(2) Reactivo dióxido de cloro 3	2 mL	100 mL	20702-42
(1) Sobres de reactivo reductor del cloro en polvo	1	100/paquete	14963-69

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Tubo mezclador, graduado, 50 mL	2	cada uno	1896-41
Pipeta, volumétrica, clase A, 1,00 mL	3	cada uno	14515-35
Pipeteador	1	cada uno	14651-00
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Pipeta, TenSette, 0,1 – 1,0 mL	19700-01
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 19700-01	21856-96

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Dióxido de Cloro

★Método 10126 — Método DPD[1]

Sobres de reactivo en polvo o ampollas AccuVac — (0,04 – 5,00 mg/L)

Campo de aplicación: Para agua y aguas residuales; aceptado por la USEPA (United States Environmental Protection Agency – Agencia de Protección Ambiental de los EE.UU.) para análisis de aguas potables.[2]

[1] Adaptación de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*

[2] El procedimiento es equivalente al *método estándar, 18 ed., 4500 ClO_2 D*.

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Analizar las muestras inmediatamente después de recogerlas. El cloro es inestable y volátil. Véase Muestreo, almacenamiento y preservación en la página 5.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada sin cloro en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").
En presencia de cloro aparecerá un color rosa, después de la adición del reactivo DPD.
Si la concentración del dióxido de cloro en la muestra excede el límite superior de la prueba, el color puede se descolora o la muestra puede dar vuelta a amarillo. Diluir la muestra con un volumen conocido de agua sin demanda de cloro y de buena calidad, y repetir la prueba. Debido a la dilución puede producirse cierta pérdida de cloro. Multiplicar el resultado por el factor de dilución.

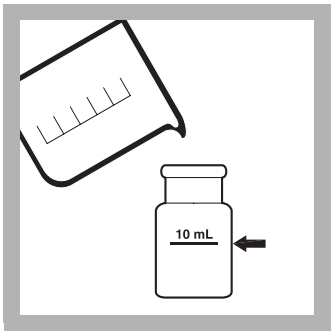
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Análisis con sobres de reactivo en polvo:	
Sobres de reactivo DPD de Cloro libre en polvo, 10 mL	1
Reactivo glicina	4 gotas
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Tapón para cubeta	2
Análisis con ampollas AccuVac:	
Ampollas AccuVac de reactivos DPD de Cloro libre	1
Reactivo glicina	16 gotas
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas	1
Tapón para cubeta	1

Nota: *En la pág. 7 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

Sobres de reactivo en polvo — Método 10126

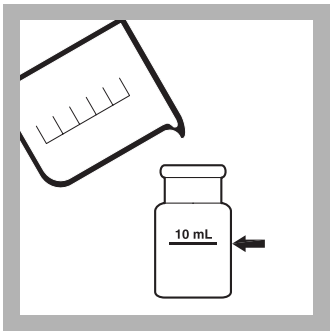
1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



3. Preparación del blanco: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

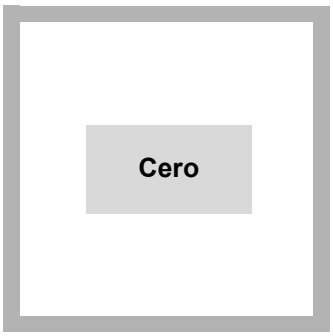
Tapar la cubeta.



4. La muestra preparada: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Tapar la cubeta.

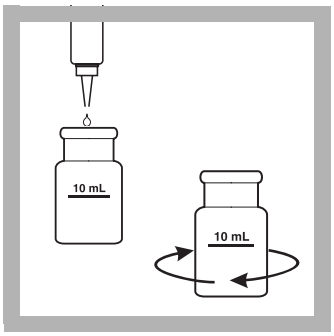
5. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.



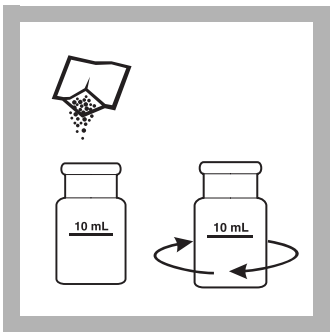
6. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L ClO_2



7. Añadir 4 gotas de reactivo glicina a la cubeta que contiene la muestra y agitar, con rotación, para mezclar.



8. Añadir el contenido de un sobre de reactivo DPD para cloro libre a la cubeta (la muestra preparada). Agitar la cubeta, con rotación, durante 20 segundos.

9. Esperar 30 segundos a que se asiente el posible polvo no disuelto.

Inmediamente efectuar el paso 10.

10. Menos de un minuto después de la adición del reactivo, limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada). Colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

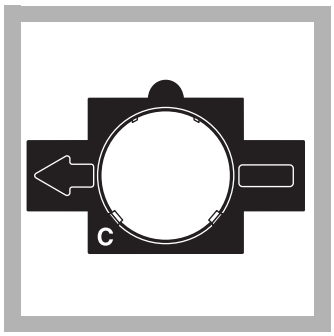
11. *En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L ClO_2**

Ampollas AccuVac — Método 10126

1. Seleccionar el test.

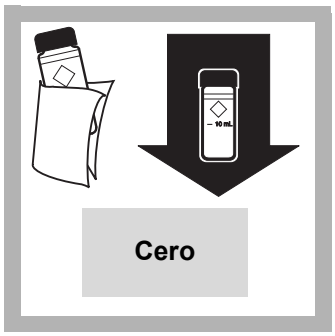


2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.

3. Preparación del blanco: llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Tapar la cubeta.

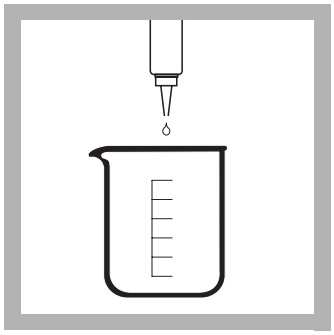


4. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

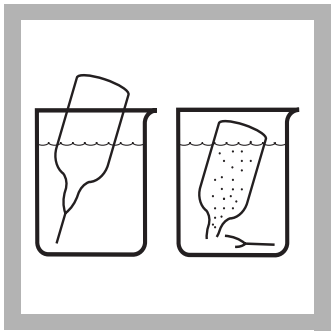
La pantalla indicará:

0.00 mg/L ClO_2



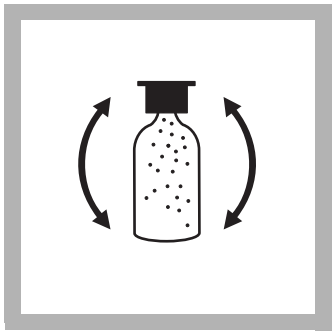
5. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

Añadir 16 gotas de reactivo glicina al vaso de precipitados que contiene la muestra y agitar cuidadosamente para mezclar.



6. Llenar con muestra una ampolla AccuVac de reactivo DPD de cloro libre.

Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.



7. Invertir la ampolla rápidamente varias veces para mezclar. Esperar 30 segundos a que se asiente el posible polvo no disuelto.

8. Menos de 1 minuto después de la adición del reactivo, limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L ClO_2**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Acidez	Mayor que 150 mg/L en $CaCO_3$. El color no se desarrollará totalmente o éste desaparecerá rápidamente. Neutralizar estas muestras con un pH de 6 a 7 con hidróxido de sodio 1 N[1]. Determinar la cantidad necesaria en una muestra separada. Añadir la misma cantidad a la muestra que va a ser analizada. Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen diviendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.
Alcalinidad	Mayor que 250 mg/L en $CaCO_3$. El color no se desarrollará totalmente o éste desaparecerá rápidamente. Neutralizar estas muestras con un pH de 6 a 7 con ácido sulfúrico 1 N[1]. Determinar la cantidad necesaria en una muestra separada. Añadir la misma cantidad a la muestra que va a ser analizada. Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen diviendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.
Bromo, Br_2	Interfiere a todos los niveles
Cloro, Cl_2	Pueden interferir a niveles superiores a 6 mg/L. La adición de más glicina puede compensar esta interferencia.
Cloraminas orgánicas	Pueden interferir
Dureza	No afecta a niveles inferiores a 1000 mg/L como $CaCO_3$

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Floculantes	Pueden ser tolerados niveles altos de la mayoría de los floculantes. Esta tolerancia se reduce si existe cloro. Véase la información sobre metales en esta tabla. En presencia de 0,6 mg/L Cl_2 pueden tolerarse $Al(SO_4)_3$ (< 500 mg/L) y $FeCl_2$ (< 200 mg/L).
Manganeso, oxidado (Mn^{4+}, Mn^{7+}) o Cromo, oxidado (Cr^{6+})	El manganeso oxidado interfiere a todos los niveles. El cromo oxidado interfiere a niveles superiores a 2 mg/L. Para eliminar las interferencias: **1.** Ajustar el pH entre 6 y 7. **2.** Añadir 3 gotas de yoduro de potasio[1] (30 g/L) a 25 mL de muestra. **3.** Mezclar y esperar un minuto. **4.** Añadir 3 gotas de arsenito de sodio[1, 2] (5 g/L) y agitar para mezclar. **5.** Analizar 10 mL de la muestra de la manera que se describe en el procedimiento. **6.** Restar el resultado de esta prueba del análisis inicial para obtener el resultado exacto del cloro.
Metales	Diversos metales pueden interferir por combinación con la glicina que se necesita para eliminar la interferencia del cloro. La interferencia de los metales es limitada excepto cuando existe cloro. En presencia de 0,6 mg/L de Cl_2 interfieren el cobre (> 10 mg/L) y el níquel (> 50 mg/L). Otros metales también pueden interferir dependiendo de su capacidad para impedir que la glicina reaccione con el posible Cl_2 presente en la muestra. Quizás sea necesario agregar más glicina para remediar esta interferencia.
Monocloramina	Provoca una deriva gradual hacia lecturas más altas. Cuando la medición se realiza dentro del minuto siguiente a la adición de reactivo, 3 mg/L de monocloramina producen un incremento inferior a 0,1 mg/L ClO_2 de la lectura.
Ozono	Interfiere a niveles superiores a 1,5 mg/L
Peróxidos	Pueden interferir
pH, exceso de tamponaje	Ajustar a un pH de 6 – 7.
Yodo, I_2	Interfiere a todos los niveles

[1] En la pág. 7 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

[2] Las muestras tratadas con arsenito sódico debido a interferencias por el manganeso o el cromo producirán residuos peligrosos según lo dispuesto en la "Federal RCRA" (Resource Conservation and Recovery Act/Ley Federal sobre la Conservación y Recuperación de Recursos) respecto del arsénico (D004). Productos químicos y soluciones para análisis deben descartarse de acuerdo a los reglamentos nacionales pertinentes. Los empaques de los productos deben descartarse según los reglamentos específicos del país o ser sometidos a un sistema de retorno.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Analizar el dióxido de cloro de las muestras inmediatamente después de recogerlas. El dióxido de cloro es un agente fuertemente oxidante, inestable en las aguas naturales. Reacciona rápidamente con diversos compuestos inorgánicos pero oxida los compuestos orgánicos con mayor lentitud. Muchos factores, entre los que se encuentran las concentraciones de reactante, la luz solar, el pH, la temperatura y la salinidad, influyen en la descomposición del dióxido de cloro en el agua.

No utilizar recipientes de plástico para recoger muestras para su análisis, puesto que con frecuencia los mismos tienen una alta demanda de dióxido de cloro. Tratar previamente los recipientes de análisis de vidrio para eliminar toda demanda de cloro o de dióxido de cloro remojándolos en una solución de lejía diluida (1 mL de lejía comercial en 1 litro de agua desionizada) durante por lo menos una hora. Enjuagar concienzudamente con agua desionizada o destilada. Si después de cada uso, los recipientes de análisis se enjuagan concienzudamente con agua desionizada o destilada, el tratamiento previo de los mismos sólo será necesario ocasionalmente.

Un error frecuente en los ensayos de dióxido de cloro es la no obtención de una muestra representativa. Si la muestra se toma del grifo, dejar correr el agua por lo menos durante 5 minutos con el fin de asegurar una muestra representativa. Dejar que el recipiente rebose varias veces con la muestra, después tapar los recipientes de forma que no quede nada de espacio (aire) encima de la muestra. Si el muestreo se realiza con una cubeta de análisis, enjuagar ésta varias veces con la muestra y después llenar con cuidado hasta la marca de 10 mL. Llevar a cabo inmediatamente el análisis de dióxido de cloro.

Comprobación de la precisión

Debido a que el dióxido de cloro es difícil y peligroso de producir, los reactivos de DPD y glicina se han de comprobar utilizando patrones de cloro. Proceder como sigue:

Preparar un patrón de 1 mg/L de cloro libre empleando el Método 1 ó 2, descritos a continuación:

Método 1

1. Tomar un patrón de cloro libre*.

2. Determinar la concentración del patrón según el certificado de análisis enviado con el mismo (50 – 75 mg/L). Calcular el volumen de patrón que se necesita de la siguiente manera:

   mL de patrón necesarios = 100 ÷ concetración del patrón

3. Pipetear el volumen de patrón que se necesita en un vaso de precipitados volumétrico de 100 mL. Llenar hasta la marca de 100 mL con agua desionizada libre de demanda de cloro. Invertir para mezclar.

Método 2

1. Diluir 1 gota de lejía de cloro al 5 % en 1 litro de agua desionizada libre de demanda de cloro. Utilizar esta solución como patrón.

2. Verificar la concentración del patrón mediante el Método de cloro libre 8021 de Hach.

3. Realizar la prueba de dióxido de cloro en el patrón **sin** añadir glicina.

4. Para el programa 76, la lectura de dióxido de cloro debería ser 2,35 veces mayor que el resultado de cloro. Para el programa 77, la lectura de dióxido de cloro debería ser 2,34 veces mayor que el resultado de cloro. Si es así, esto verifica que el DPD y el instrumento funcionan correctamente.

5. Repetir el ensayo de dióxido de cloro en el patrón de cloro, incluyendo la adición de glicina. La lectura debería ser menor que 0,10 mg/L. Esto verifica que la glicina está eliminando la interferencia del cloro libre.

Resumen del principo operativo

El dióxido de cloro reacciona con la DPD (N,N-dietil-p-fenilenodiamina) hasta un quinto de su contenido total disponible de cloro correspondiente a la reducción del dióxido de cloro a clorito, formando un color rosa. La intensidad del color es proporcional al ClO_2 presente en la muestra. La interferencia del cloro se elimina añadiendo glicina, que convierte el cloro libre en ácido

*En la pág. 7 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

cloroaminoacético pero que no afecta al dióxido de cloro al pH del ensayo. Los resultados del ensayo se miden a 530 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Set de reactivos DPD Dióxido de Cloro /glicina (100 Tests), incluye			27709-00
(1) Sobres de reactivo DPD de Cloro libre en polvo, 10 mL	1	100/paquete	21055-69
(1) Reactivo glicina	4 gotas	29 mL	27621-33
O			
Set de ampollas AccuVac de reactivos DPD Dióxido de Cloro/glicina (25 Tests), incluye:			27710-00
(1) Ampollas AccuVac de reactivos DPD de Cloro libre	1	25/paquete	25020-25
(1) Reactivo glicina	16 gotas	29 mL	27621-33

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02
Tapón para cubeta	2	6/paquete	1731-06

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1	cada uno	21228-00
Tapón para cubeta	1	6/paquete	1731-06

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de cloro, 10 mL ampollas Voluette, 50 – 75 mg/L	16/paquete	14268-10
Agua desionizada	4 L	272-56

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Yoduro de potasio, 30 g/L, 100 mL	343-32
Arsenito de sodio, 5 g/L, 100 mL	1047-32
Hidróxido de sodio, 1 N, 100 mL	1045-32
Tapón para cubeta	1731-25
Àcido sulfúrico, 1 N, 100 mL	1270-32

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Fósforo, Reactivo (Ortofosfato)

★Método 8048 PhosVer 3 Método de ácido ascórbico[1]

Sobres de reactivo en polvo o ampollas AccuVac (0,02 – 2,50 mg/L PO_4^{3-})

Campo de aplicación: Para agua, aguas residuales y agua de mar; aceptado por la USEPA (United States Environmental Protection Agency – Agencia de Protección Ambiental de los EE.UU.) para análisis de aguas residuales[2]

[1] Adaptación de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*

[2] El procedimiento es equivalente al método 365.2 de USEPA y al método estándar 4500-P-E para aguas residuales.

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

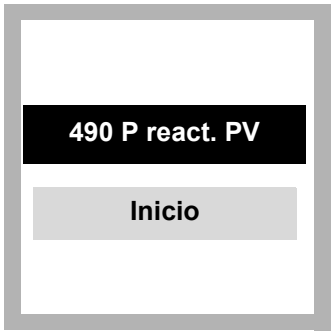
Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").
En presencia de fosfato, aparecerá un color azul.

Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Análisis con sobres de reactivo en polvo:	
Sobres de reactivo de fosfato PhosVer 3 en polvo	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Tapón para cubeta	1
Análisis con ampollas AccuVac:	
Recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL	40 mL
Ampollas AccuVac de reactivo de fosfato PhosVer 3	1
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas	1
Tapón para ampolla AccuVac (suministrado con las ampollas AccuVac PhosVer)	1

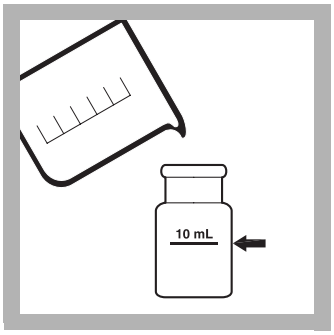
Nota: *En la pág. 5 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

Sobres de reactivo en polvo — Método 8048

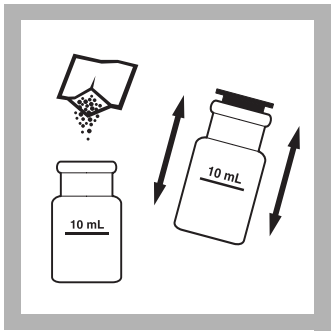
1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**



2. Seleccionar el test.



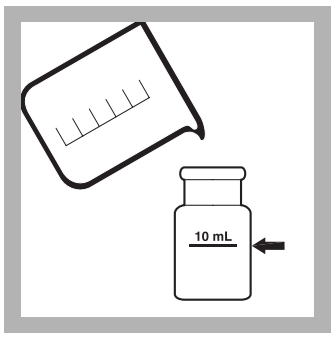
3. Llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



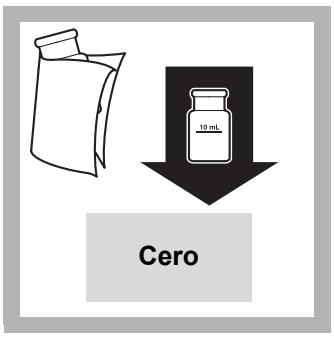
4. La muestra preparada: añadir el contenido de un sobre de reactivo de PhosVer 3 en polvo. Tapar la cubeta inmediatamente y agitar vigorosamente durante 30 segundos para mezclar.

5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 2 minutos. Si la muestra fue sometida a digestión mediante el procedimiento de digestión para ácido persulfato, dejar 10 minutos de tiempo de reacción.



6. Preparación del blanco: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



7. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L PO_4^{3-}

8. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

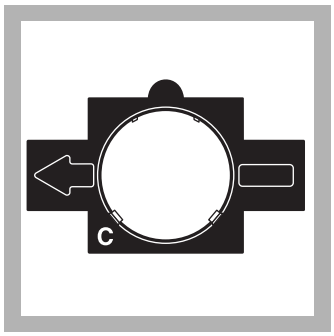
*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L PO_4^{3-}**

Ampollas AccuVac — Método 8048

1. Seleccionar el test.

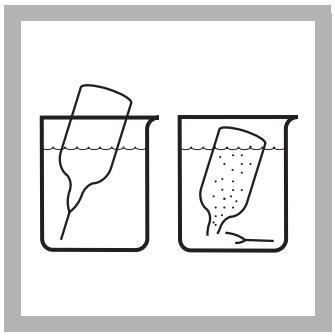


2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.

3. Preparación del blanco: llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Tapar la cubeta.



4. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar una ampolla AccuVac de reactivo de fosfato PhosVer 3 con muestra.

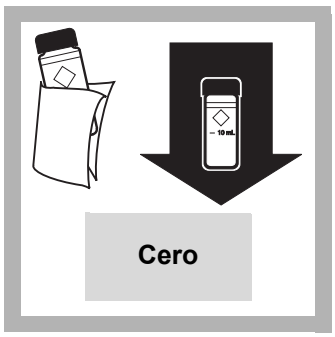
Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.

5. Colocar un tapón de ampolla firmemente sobre la punta de la ampolla. Invertir la ampolla durante 30 segundos para mezclar.

El polvo no disuelto no afecta a la exactitud.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 2 minutos. Si la muestra fue sometida a digestión mediante el procedimiento de digestión para ácido persulfato, dejar 10 minutos de tiempo de reacción.



7. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L PO_4^{3-}

8. Limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L PO_4^{3-}**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Aluminio	Mayor que 200 mg/L
Arseniato	Interfiere a todos los niveles
Cobre	Mayor que 10 mg/L
Cromo	Mayor que 100 mg/L
Hierro	Mayor que 100 mg/L
Níquel	Mayor que 300 mg/L
pH, exceso de tamponaje	Las muestras fuertemente tamponadas o un pH extremo de la muestra pueden sobrepasar la capacidad tampón de los reactivos y hacer necesario el tratamiento previo de las muestras. Se recomienda pH 2 – 10.
Silicato	Mayor que 10 mg/L
Sílice	Mayor que 50 mg/L
Sulfuro de hidrógeno	Interfiere a todos los niveles
Turbidez (grandes cantidades) o color	Pueden producir resultados erróneos debido a que el ácido presente en el sobre de reactivo en polvo puede disolver una parte de las partículas en suspensión y por motivo de la desorción variable del ortofosfato de las partículas. Para las muestras muy turbias o coloreadas, añadir el contenido de un sobre de reactivo en polvo para pretratamiento de fosfato[1] a 25 mL de muestra. Mezclar bien. Emplear esta solución para poner a cero el instrumento.
Zinc	Mayor que 80 mg/L

[1] En la pág. 6 encontrará reactivos y materiales opcionales.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico lavadas con ácido clorhídrico* (1:1) y aclarados con agua desionizada. Para limpiar los artículos de vidrio usados en el análisis de fosfato no utilizar detergentes comerciales que contengan fosfato.

Se obtendrán los mejores resultados cuando se analicen las muestras lo antes posible tras su toma. En caso de no poder proceder al análisis inmediatamente, conservar las muestras hasta 48 horas, a una temperatura igual o menor que 4 °C (39 °F). Calentar a temperatura ambiente antes de realizar el ensayo.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento. Verificar la forma química.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

4. Romper el cuello de una ampolla de 10 mL de solución patrón de fosfato, 50 mg/L PO_4^{3-}.

5. Preparar una adición de muestra de 0,1 mL, pipeteando 0,1 mL de solución patrón a la muestra sin adicionar. Pulsar el Símbolo de Temporizador y pulsar **OK**. Después de que suene el temporizador, pulsar **Medición**.

6. Preparar una adición de muestra de 0,2 mL, pipeteando 0,1 mL de solución patrón a la muestra con adición de 0,1 mL. Pulsar el Símbolo de Temporizador y pulsar **OK**. Después de que suene el temporizador, pulsar **Medición**.

7. Preparar una adición de muestra de 0,3 mL, pipeteando 0,1 mL de solución patrón a la muestra con adición de 0,2 mL. Pulsar el Símbolo de Temporizador y pulsar **OK**. Después de que suene el temporizador, pulsar **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

Nota: *Para las ampollas AccuVac, añadir 0,2 mL, 0,4 mL y 0,6 mL del patrón a cada uno de los tres tubos mezcladores* de 50 mL. Llenar los tubos hasta la marca de 50 mL con la muestra. Trasvasar 40 mL de cada uno de los tres tubos mezcladores a tres vasos de precipitados de 50 mL. Analizar la muestra tras cada adición de patrón, siguiendo el proceso antes descrito. Aceptar la medida de cada adición de patrón, pulsando* ***Medición****. Cada adición deberá reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.*

8. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón

1. Preparar una solución patrón de 2,00 mg/L de fosfato, pipeteando 4,00 mL de un patrón de 50 mg/L de fosfato en un matraz volumétrico de 100 mL. Diluir hasta la marca de 100 mL con agua desionizada. Tapar y agitar para mezclar. Utilizar esta solución en lugar de la muestra y efectuar el procedimiento de la manera descrita.

   (Como alternativa, puede usar uno de los estándares para múltiples parámetros listados en "Standards recomendados" en la página 6. Estos contienen 2.0 mg/L de fosfato).

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 2,00 mg/L PO_4^{3-}, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla. Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Resumen del principo operativo

El ortofosfato reacciona con molibdato en un medio ácido, formando un complejo de fosfomolibdato. El ácido ascórbico reduce entonces el complejo, dando un intenso color azul de molibdeno. Los resultados del ensayo se miden a 880 nm.

*En la pág. 6 encontrará reactivos y materiales opcionales.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Sobres de reactivo de fosfato PhosVer 3 en polvo, 10 mL	1	100/paquete	21060-69
O			
Ampollas AccuVac de reactivo de fosfato PhosVer 3	1	25/paquete	25080-25

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02
Tapón para cubeta	1	6/paquete	1731-06

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1	cada uno	21228-00

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de fosfato, 10 mL ampolla Voluette, 50 mg/L como PO_4	16/paquete	171-10
Solución patrón de fosfato, 50 mg/L como PO_4	500 mL	171-49
Solución patrón de fosfato, 1 mg/L como PO_4	500 mL	2569-49
Patrón de control de calidad del agua potable, parámetro mixto (inorgánicos que contienen: F^-, NO_3, PO_4, SO_4	500 mL	28330-49
Patrón de agua residual, parámetro mixto, efluente, Control de calidad (QC): NH_3–N, NO_3–N, PO_4, COD, SO_4, TOC	500 mL	28332-49
Agua desionizada	4 L	272-56

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Vaso de precipitados, 50 mL	500-41H
Ácido clorhídrico, 1:1, 500 mL	884-49
Tubo mezclador, graduado, 50 mL	1896-41
Sobre de reactivo en polvo para pretratamiento de fosfato	14501-99
Tapón para cubeta	1731-06

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Fósforo, Reactivo (Ortofosfato)

Método 8114 **Método de Molibdovanadato[1]**

Reactivo en solución o ampollas AccuVac **(0,3 – 45,0 mg/L PO_4^{3-})**

Campo de aplicación: Para agua y aguas residuales

[1] Adaptación de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

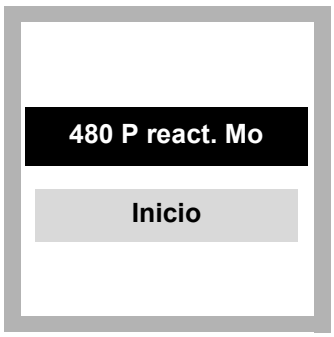
Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Para obtener mejores resultados, la temperatura de la muestra debería oscilar entre 20 °C y 25 °C (68 – 77 °F).
Después de añadir el reactivo se formará un color amarillo si existe fosfato. El blanco será levemente amarillo debido a el reactivo.

Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Análisis con reactivo en solución:	
Tubo mezclador, graduado, 25 mL	1
Reactivo de Molibdovanadato	2,0 mL
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Análisis con ampollas AccuVac:	
Reactivo de Molibdovanadato, ampollas AccuVac	2
Vaso de precipitados, 50 mL	2
Tapón para cubeta	2

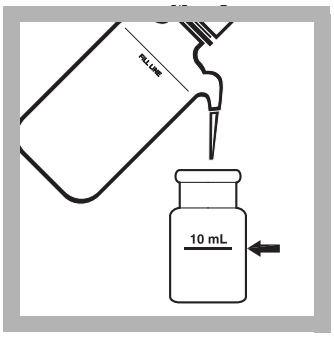
Nota: *En la pág. 6 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

Reactivo en solución Método 8114

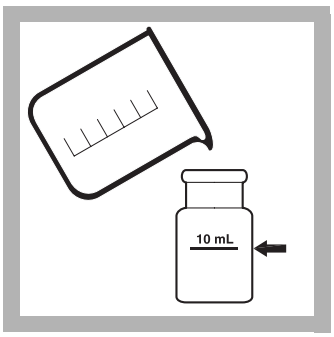
1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**



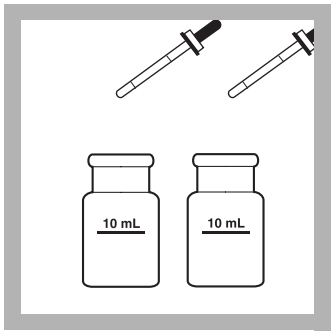
2. Seleccionar el test.



3. Preparación del blanco: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con agua desionizada.



4. La muestra preparada: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



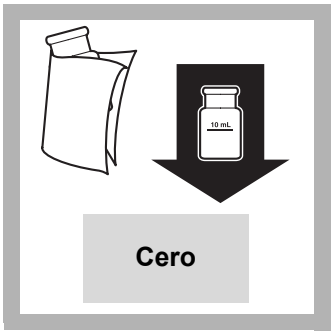
5. Añadir a cada cubeta 0,5 mL de reactivo de Molibdovanato (el blanco y la muestra preparada).

Agitar, con rotación, para mezclar.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 7 minutos.

Si la concentración de la muestra es mayor de 30 mg/L PO_4^{3-}, lea a los 7 minutos exactamente, o realice una dilución 1:1 de la muestra y repita el test.



7. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.0 mg/L PO_4^{3-}

8. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

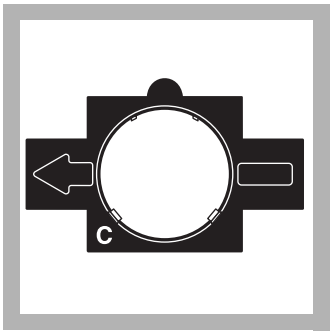
En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L PO_4^{3-}**

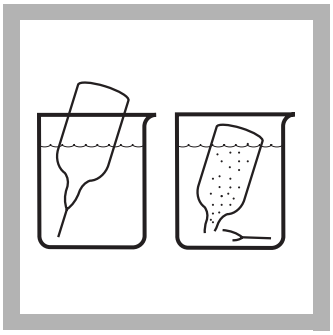
Ampollas AccuVac — Método 8114

1. Seleccionar el test.



2. Insertar el adaptador C.

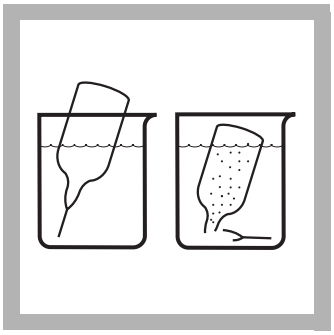
Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.



3. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar una ampolla AccuVac de reactivo Molibdovanadato con muestra.

Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.



4. Preparación del blanco: recoger por lo menos 40 mL de agua desionizada en otro vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar otra ampolla AccuVac de reactivo Molibdovanadato con agua desionizada.

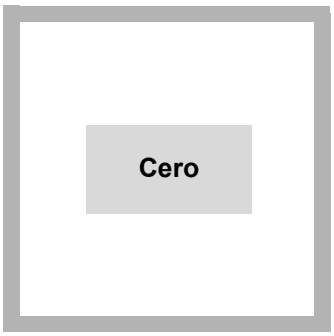
Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.

5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 7 minutos.

Si la concentración de la muestra es mayor de 30 mg/L PO_4^{3-}, lea a los 7 minutos exactamente, o realice una dilución 1:1 de la muestra y repita el test.

6. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la ampolla (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.



7. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.0 mg/L PO_4^{3-}

8. Limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L PO_4^{3-}**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Arseniato	Interfiere solamente si se calienta la muestra.
Fluoruro, Torio, Bismuto, Tiosulfato o Tiocianato	Provocan resultados inferiores.
Hierro(II)	El color azul es originado por el hierro ferroso pero no afecta a los resultados si la concentración de hierro ferroso es menor que 100 mg/L.
Molibdato	Provocan resultados inferiores si la concentración es mayor que 1000 mg/L.
Silicio	Interfiere solamente si se calienta la muestra.
Sulfuro	Provocan resultados inferiores. **1.** Medir 50 mL de muestra en un matraz erlenmeyer. **2.** Agregar agua de bromo[1] gota a gota agitando con rotación constantemente hasta que se desarrolle un color amarillo estable. **3.** Agregar solución de fenol[1] gota a gota hasta que desaparezca el color amarillo. Proseguir con el paso 4 (paso 3 en usando la técnica con Ampollas AccuVac).
pH, exceso de tamponaje	Las muestras altamente tamponadas o con un pH extremo pueden superar el poder de tampón de los reactivos y por tanto pueden necesitar un tratamiento previo de la muestra. El valor de pH debe ser 7.

[1] En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Tabla 2 demuestra los elementos que no interfieren en concentraciones menor que 1000 mg/L.

Tabla 2 Sustancias non interferentes a niveles inferiores

Pirofosfato	Tetraborato	Benzoato
Citrato	Lactato	Formato
Oxalato	Tartrato	Salicilato
Al^{3+}	Fe^{3+}	Mg^{2+}
Ca^{2+}	Ba^{2+}	Sr^{2+}
Li^{+}	Na^{+}	K^{+}
NH^{4+}	Cd^{2+}	Mn^{2+}
NO_3^{-}	NO_2^{-}	SO_4^{2-}
SO_3^{2-}	Pb^{2+}	Hg^{+}
Hg^{2+}	Sn^{2+}	Cu^{2+}
Ni^{2+}	Ag^{+}	U^{4+}
Zr^{4+}	AsO_3^{-}	Br^{-}
CO_3^{2-}	ClO_4^{-}	CN^{-}
IO_3^{-}	SiO_4^{4-}	Selenato

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico lavadas con ácido clorhídrico* (1:1) y aclarados con agua desionizada. Para limpiar los artículos de vidrio usados en el análisis de fosfato no utilizar detergentes comerciales que contengan fosfato.

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Se obtendrán los mejores resultados cuando se analicen las muestras lo antes posible tras su toma. En caso de no poder proceder al análisis inmediatamente, conservar las muestras hasta 48 horas, a una temperatura igual o menor que 4 °C (39 °F). Calentar a temperatura ambiente antes de realizar el ensayo.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento. Verificar la forma química.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Romper el cuello de una ampolla de solución patrón de fosfato, de 500 mg/L PO_4^{3-}.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores. Llenar los tubos hasta la marca de 25 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón

1. Para comprobar la precisión, sustituir una solución patrón de fosfato de 10,0 mg/L en lugar de la muestra analizada y efectuar el procedimiento de la manera descrita.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 10,0 mg/L PO_4^{3-}, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Resumen del principo operativo

En el método molibdovanadato, el ortofosfato reacciona con el molibdato en un medio ácido y produce un complejo mixto de fosfato/molibdato. En presencia de vanadio, se forma el ácido vanadomolibdofosfórico amarillo. La intensidad del color amarillo es proporcional a la concentración de fosfato. Los resultados del ensayo se miden a 430 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Reactivo de Molibdovanadato	1	100 mL MDB	20760-32
O			
Reactivo de Molibdovanadato, ampollas AccuVac	1	25/paquete	25250-25
Agua desionizada	25 mL	4 L	272-56

Materiales necesarios (Reactivo en solución)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Tubo mezclador, graduado, 25 mL	1	cada uno	508-40
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02
Tapón para cubeta	2	6/paquete	1731-06

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de fosfato, 10 mg/L PO_4^{3-}	946 mL	14204-16
Solución patrón de fosfato, 2 mL ampolla PourRite, 500 mg/L PO_4^{3-}	20/paquete	14242-20
Patrón de agua residual, parámetro mixto, influente, Control de calidad (QC): NH_3–N, NO_3–N, PO_4, COD, SO_4, TOC	500 mL	28331-49

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Agua de bromo, 29 mL	2211-20
Tubo mezclador, graduado, 25 mL	1896-40
Ácido clorhídrico, 1:1, 500 mL	884-49
Solución de fenol, 30 mg/L, 29 mL	2112-20
Tapón para cubetas, 25/paquete	1731-25

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Hidracina

Método 8141 Método p-Dimetil aminobenzaldehído[1]

Reactivo en solución o ampollas AccuVac (4 – 600 µg/L)

Campo de aplicación: Para agua de caldera/alimentación

[1] Adaptación de *ASTM Manual of Industrial Water*, D1385-78, 376 (1979).

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Las muestras deben ser analizadas inmediatamente y no pueden conservarse para un futuro análisis.
La temperatura de la muestra debe ser de 21 ° ± 4 °C (70 ° ± 7 °F).
Las muestras finales tendrán un pH inferior a 2, lo que es considerado corrosivo. Productos químicos y soluciones para análisis deben descartarse de acuerdo a los reglamentos nacionales pertinentes. Los empaques de los productos deben descartarse según los reglamentos específicos del país o ser sometidos a un sistema de retorno.
Después de añadir el reactivo hidracina HydraVer 2 se formará un color amarillo si existe hidracina. El reactivo provocará un color amarillo tenue en el blanco.

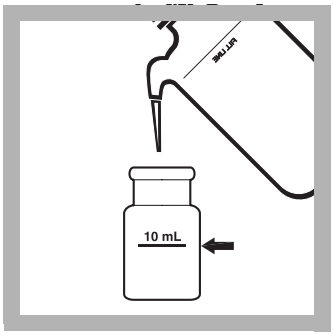
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Análisis con reactivo en solución:	
Reactivo hidracina HydraVer 2	4 mL
Agua desionizada	10 mL
Tubo mezclador, graduado, 25 mL	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Análisis con ampollas AccuVac:	
Ampollas AccuVac HydraVer 2	2
Agua desionizada	40 mL
Vaso de precipitados, 50 mL	1

Nota: *En la pág. 5 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

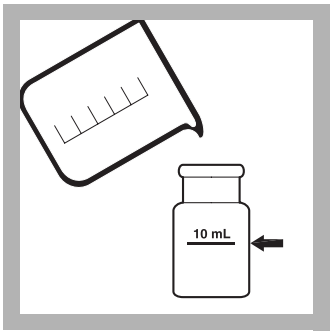
Reactivo en solución — Método 8141

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

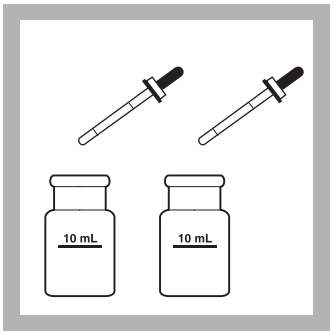
2. Seleccionar el test.



3. Preparación del blanco: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con agua desionizada.



4. La muestra preparada: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



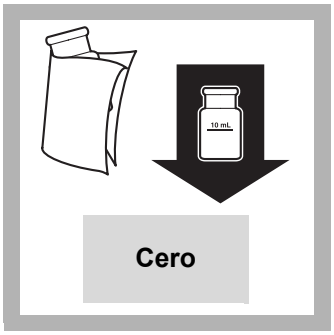
5. Añadir 0,5 mL de reactivo hidracina HydraVer 2 en cada cubeta.

Agitar, con rotación, para mezclar.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 12 minutos.

Durante este período efectuar los pasos 7 y 8.



7. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0 µg/L N_2H_4

8. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

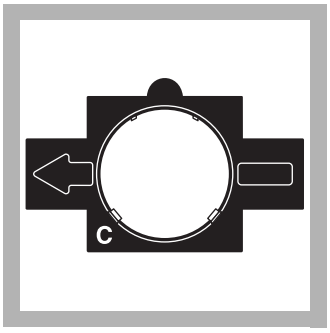
*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: **Inmediatemente** después de que suene el temporizador, seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **µg/L N_2H_4**

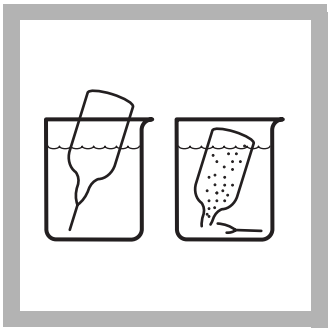
Ampollas AccuVac — Método 8141

1. Seleccionar el test.



2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.



3. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

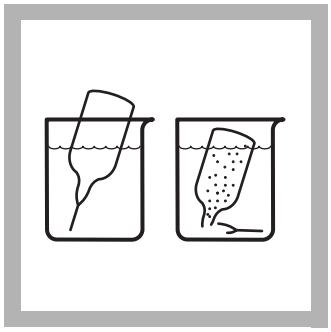
Llenar una ampolla AccuVac HydraVer para hidracina con muestra.

Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.

4. Inmediatamente seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 12 minutos.

Durante ce período efectuar los pasos 5 – 7.

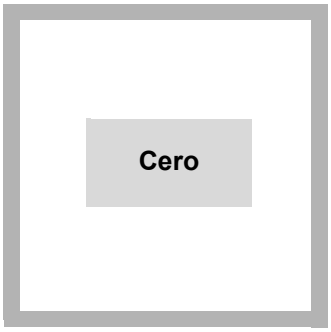


5. Preparación del blanco: recoger por lo menos 40 mL de agua desionizada en otro vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar otra ampolla AccuVac HydraVer para hidracina con agua desionizada.

Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.

6. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la ampolla (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.



7. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0 µg/L N_2H_4

8. Limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: **Inmediatamente** después de que suene el temporizador, seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **µg/L N_2H_4**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Amoniaco	No afecta a niveles inferiores a 10 mg/L. Puede originar una interferencia positiva de hasta 20 % a 20 mg/L.
Morfolina	No afecta a niveles inferiores a 10 mg/L.
Muestras con un nivel alto de coloración o de turbidez	Preparar un blanco oxidando la hidracina sobre una porción de la muestra. Esto puede realizarse con una mezcla 1:1 de lejía en agua desionizada. Añadir una gota de esta solución a 25 mL de muestra en un tubo graduado y agitar para mezclar. Utilizar esta preparación en el paso 2, en lugar de agua desionizada, para preparar el blanco.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico. Llenar totalmente y cerrar herméticamente los frascos. Evitar cualquier agitación excesiva y la exposición al aire. Las muestras deben ser analizadas inmediatamente después de su toma y no pueden conservarse para un futuro análisis.

Comprobación de la precisión

Ajuste del patrón

1. Preparar un solución de reserva de 25 mg/L. Disolver 0,1016 g de sulfato de hidracina en 1000 mL de agua desionizada libre de oxígeno. Preparar esta solución reserva cada día.

2. En un recipiente de vidrio de clase A, preparar una solución de trabajo de 0,25 mg/L (250 µg/L) de hidracina; para ello, diluir 10,00 mL de la solución de reserva de 25 mg/L hasta 1000 mL con agua desionizada desoxigenada. Preparar esta solución justo antes de realizar el análisis. Efectuar cualquiera de los procedimientos de hidracina de la manera descritos anteriormente.

3. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 250 µg/L de hidracina, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

4. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Resumen del principo operativo

La hidracina de la muestra reacciona con el p-dimetilaminobenzaldehído del reactivo HydraVer 2 para formar un color amarillo proporcional a la concentración de hidracina. Los resultados del ensayo se miden a 455 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Reactivo hidracina HydraVer 2	1 mL	100 mL MDB	1790-32
O			
Ampollas AccuVac HydraVer 2	2	25/paquete	25240-25
Agua desionizada	10 mL	4 L	272-56

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Tubo mezclador, graduado, 25 mL	1	cada uno	508-40
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Sulfato de hidracina, ACS	100 g	742-26

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Hierro, total

★Método 8008 — Método FerroVer[1]

Sobres de reactivo en polvo o ampollas AccuVac — (0,02 – 3,00 mg/L)

Campo de aplicación: Para agua, aguas residuales y agua de mar; la determinación del hierro total necesita digestión previa; aceptado por la USEPA (United States Environmental Protection Agency – Agencia de Protección Ambiental de los EE.UU.) para análisis de aguas residuales[2]

[1] Adaptación de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*

[2] *Federal Register*, June 27, 1980; 45 (126:43459)

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
La determinación del hierro total necesita digestión previa.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").

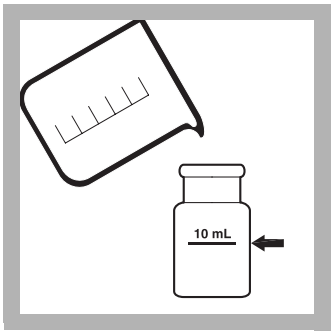
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Análisis con sobres de reactivo en polvo:	
Sobres de reactivo de hierro FerroVer en polvo	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Análisis con ampollas AccuVac:	
Ampollas AccuVac de reactivo de hierro FerroVer	1
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas	1

Nota: *En la pág. 6 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

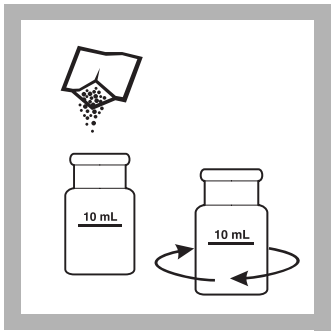
Sobres de reactivo en polvo — Método 8008

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



3. La muestra preparada: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



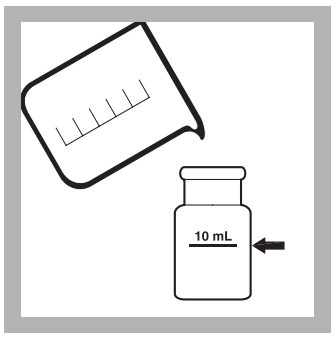
4. Añadir el contenido de un sobre de reactivo de hierro FerroVer en polvo. Agitar, con rotación, para mezclar.

Después de añadir el reactivo se formará un color anaranjado si existe hierro.

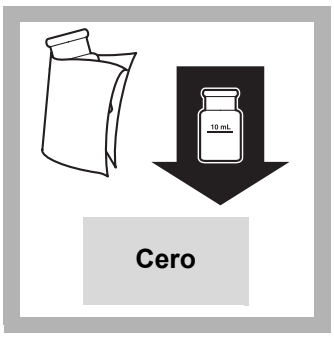
5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 3 minutos.

(Las muestras que contienen óxido de hierro visible dejarlas reaccionar al menos 5 minutos.)



6. Preparación del blanco: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



7. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L Fe

8. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

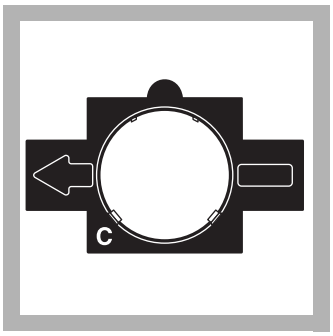
En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Fe**

Ampollas AccuVac — Método 8008

1. Seleccionar el test.

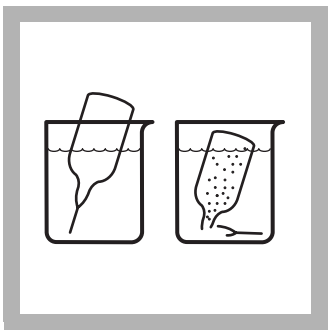


2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.

3. Preparación del blanco: llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Tapar la cubeta.



4. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar una ampolla AccuVac FerroVer con muestra.

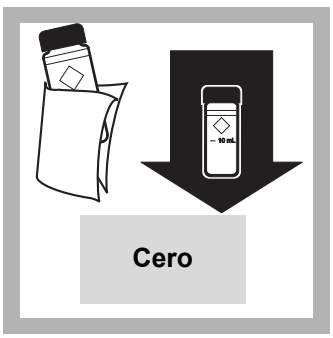
Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.

5. Invertir la ampolla rápidamente varias veces para mezclar.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 3 minutos.

(Las muestras que contienen óxido de hierro visible dejarlas reaccionar al menos 5 minutos.)



7. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L Fe

8. Limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Fe**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Calcio, Ca^{2+}	No afecta a niveles inferiores a 10.000 mg/L en $CaCO_3$.
Cloruro, Cl^-	No afecta a niveles inferiores a 185.000 mg/L.
Cobre, Cu^{2+}	No afecta. El reactivo FerroVer contiene un agente enmascarador que elimina la interferencia potencial del cobre.
Grandes cantidades de hierro	El exceso de hierro inhibe la formación del color. Analizar una muestra diluida para comprobar el resultado.
Grandes cantidades de sulfuro, S^{2-}	**1.** Tratar bajo una campana extractora de humos o en lugares bien ventilados. Añadir 5 mL de HCl[1] a 100 mL de muestra en un Erlenmeyer de 250 mL. Hervir durante 20 minutos. **2.** Dejar enfriar. Ajustar el pH entre 3 y 5 con hidroxido de sodio[1]. Ajustar de nuevo el volumen a 100 mL con agua desionizada. **3.** Analizar.
Magnesio	No afecta a niveles inferiores a 100.000 mg/L en $CaCO_3$.
Molibdato, Molibdeno	No afecta a niveles inferiores a 50 mg/L en Mo.
Óxido de hierro	Las muestras que contienen algunas formas de óxido de hierro requieren digestión suave, enérgica o Digesdhal. Tras la digestión, ajustar el pH entre 3 y 5 con hidróxido de sodio.
pH extremo o muestras fuertemento tamponadas	Ajustar el pH entre 3 y 5
Turbidez	**1.** Añadir al blanco una cucharada de 0,1 g de disolvente de óxido RoVer. Agitar para mezclar. **2.** Poner el instrumento a cero con este blanco. **3.** Si la muestra permanece turbia, agregar 3 cucharadas de 0,2 g de RoVer a una muestra de 75 mL. Dejar reposar durante 5 minutos. **4.** Filtrar en un filtro de membrana de vidrio con su portafiltros. **5.** Utilizar la muestra filtrada en los pasos 6 y 3.

[1] En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico lavadas con ácido. No se necesita adición de ácido si se analiza la muestra inmediatamente. Para el almacenamiento, ajustar el pH a 2 o un valor inferior con ácido nítrico concentrado* (unos 2 mL por litro). Las muestras conservadas se pueden almacenar hasta un máximo de 6 meses a temperatura ambiente. Antes del análisis, ajustar el pH a un valor comprendido entre 3 y 5 con hidróxido sódico* 5,0 N.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

Si solo se va a determinar el hierro disuelto, filtrar la muestra antes de adicionar el ácido.

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Romper el cuello de una ampolla Voluette de solución patrón de hierro, 25 mg/L.

5. Preparar una adición de muestra de 0,1 mL, pipeteando 0,1 mL de solución patrón a la muestra sin adicionar. Pulsar el Símbolo de Temporizador y pulsar **OK**. Después de que suene el temporizador, pulsar **Medición**.

6. Preparar una adición de muestra de 0,2 mL, pipeteando 0,1 mL de solución patrón a la muestra con adición de 0,1 mL. Pulsar el Símbolo de Temporizador y pulsar **OK**. Después de que suene el temporizador, pulsar **Medición**.

7. Preparar una adición de muestra de 0,3 mL, pipeteando 0,1 mL de solución patrón a la muestra con adición de 0,2 mL. Pulsar el Símbolo de Temporizador y pulsar **OK**. Después de que suene el temporizador, pulsar **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

Nota: *Para las ampollas AccuVac, añadir 0,2 mL, 0,4 mL y 0,6 mL del patrón a cada uno de los tres tubos mezcladores* de 50 mL. Llenar los tubos hasta la marca de 50 mL con la muestra. Trasvasar 40 mL de cada uno de los tres tubos mezcladores a tres vasos de precipitados de 50 mL. Analizar la muestra tras cada adición de patrón, siguiendo el proceso antes descrito. Aceptar la medida de cada adición de patrón, pulsando* ***Medición****. Cada adición deberá reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.*

8. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón

1. Preparar un solución patrón de 2,00 mg/L de hierro, pipeteando 2,00 mL de un patrón de 100 mg/L de hierro en un matraz volumétrico de 100 mL. Diluir hasta la marca de 100 mL con agua desionizada. Tapar y agitar para mezclar. Preparar esta solución cada día. Efectuar el procedimiento de la manera descrita.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 2,00 mg/L Fe, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla. Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Resumen del principo operativo

El reactivo FerroVer reacciona con el hierro disuelto y la mayoría de las formas insolubles del hierro presentes en la muestra para producir hierro ferroso soluble. El hierro ferroso reacciona con la fenantrolina 1,10 en el reactivo para formar un color naranja proporcional a la concentración de hierro. Los resultados del ensayo se miden a 510 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Sobres de reactivo de hierro FerroVer en polvo, tamaño 10 mL	1	100/paquete	21057-69
O			
Ampollas AccuVac de reactivo de hierro FerroVer	1	25/paquete	25070-25

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas	1	cada uno	21228-00
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H

Reactivos y materiales recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de hierro, 100 mg/L	100 mL	14175-42
Solución patrón de hierro, 10 mL ampolla Voluette, 25 mg/L Fe	16/paquete	14253-10
Patrón de control de calidad del agua potable, parámetro mixto para los metales, rango bajo Cu, Fe, Mn	500 mL	28337-49
Patrón de control de calidad del agua potable, parámetro mixto para los metales, rango alto Cu, Fe, Mn	500 mL	28336-49
Agua desionizada	4 L	272-56
Pipeta, TenSette, 0,1 – 1,0 mL	cada uno	19700-01
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 19700-01	50/paquete	21856-96
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 19700-01	1000/paquete	21856-28
Matraz, volumétrico, clase A, 100 mL	cada uno	14574-42
Pipeta volumétrica, clase A, 2,00 mL	cada uno	14515-36
Pipeteador	cada uno	14561-00

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Vaso de precipitados, 50 mL	500-41H
Tubo mezclador, graduado	1896-41
Ácido clorhídrico, concentrado	134-49
Ácido nítrico	152-49

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Solución de hidróxido de sodio, 5,0 N	2450-32
Filtro de membrana de vidrio	2530-00
Soporte para filtro de membrana de vidrio	2340-00

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Hierro, total

Método 8112

Metodo TPTZ[1]

Sobres de reactivo en polvo o ampollas AccuVac

(0,012 – 1,800 mg/L)

Campo de aplicación: Para agua, aguas residuales y agua de mar

[1] Adaptación de G.Frederic Smith Chemical Co.,The Iron Reagents, 3rd ed. (1980)

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
La determinación del hierro total necesita digestión previa.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").
Aclarar los articulos de vidrio con ácido clorhídirco 1:1. Aclarar de nuevo con agua desionizada. Estos dos pasos eliminarán los depósitos de hierro que pueden provocar errores.
Después de añadir el reactivo se formará un color azul si existe hierro.
Ajustar el pH de las muestras conservadas a un valor comprendido entre 3 y 4. No exceder de pH 5 pues el hierro puede perderse como precipitado.

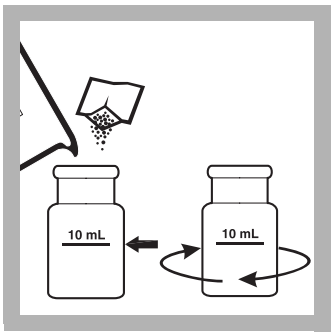
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Análisis con sobres de reactivo en polvo:	
Sobres de reactivo TPTZ en polvo	2
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Análisis con ampollas AccuVac:	
Ampollas AccuVac hierro TPTZ para rango bajo	1
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1

Nota: *En la pág. 6 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

Sobres de reactivo en polvo — Método 8112

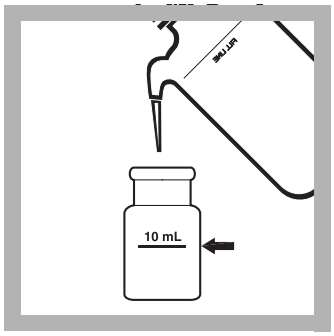
1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.

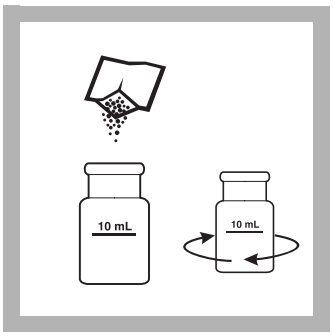


3. La muestra preparada: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Añadir el contenido de un sobre de reactivo de hierro TPTZ en polvo de 10 mL a la muestra preparada. Agitar, con rotación, 30 segundos para mezclar.



4. Preparación del blanco: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con agua desionizada.

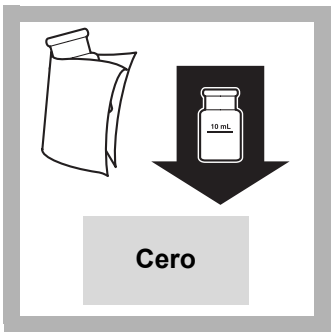


5. Añadir el contenido de un sobre de reactivo de hierro TPTZ en polvo de 10 mL al blanco de reactivo. Agitar, con rotación, 30 segundos para mezclar.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 3 minutos.

Durante este período efectuar el paso 7.



7. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.000 mg/L Fe

8. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

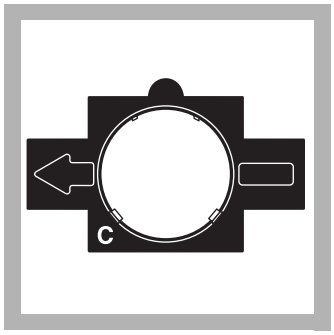
*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Fe**

Ampollas AccuVac — Método 8112

1. Seleccionar el test.

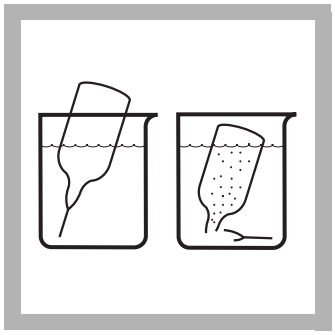


2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.

3. Preparación del blanco: llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Tapar la cubeta.



4. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar una ampolla AccuVac TPTZ con muestra.

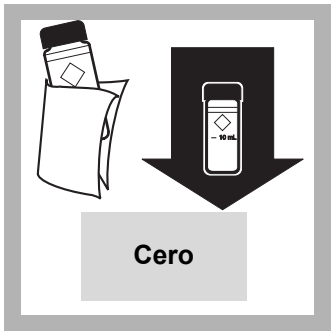
Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.

5. Invertir la ampolla rápidamente varias veces para mezclar.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 3 minutos.

Durante este período efectuar el paso 7.



7. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.000 mg/L Fe

8. Limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Fe**

Interferencias

Se han efectuado pruebas de interferencia utilizando una concentración de 0,5 mg/L. Cuando se producen interferencias, la formación de color es inhibida o se forma un precipitado. Los siguientes elementos no interfieren si no se sobrepasan las siguientes concentraciones:

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Cadmio	Mayor que 4,0 mg/L
Cianuro	Mayor que 2,8 mg/L
Cobalto	Mayor que 0,05 mg/L
Cobre	Mayor que 0,6 mg/L
Color o turbidez	En la técnica con reactivo en sobres, si la muestra sin el sobre del reactivo presenta un color o turbidez más fuerte que el blanco (agua desionizada + rectivo TPTZ), utilizar una muestra como blanco.
Cromo (Cr^{3+})	Mayor que 0,25 mg/L
Cromo (Cr^{6+})	Mayor que 1,2 mg/L
Manganeso	Mayor que 50,0 mg/L
Mercurio	Mayor que 0,4 mg/L
Molibdeno	Mayor que 4,0 mg/L
Níquel	Mayor que 1,0 mg/L
Nitrito (NO_2^-)	Mayor que 0,8 mg/L
pH	Una muestra con un pH inferior a 3 o superior a 4, tras haber añadido el reactivo, puede inhibir la formación del color, provocar la desaparición rápida del color que se ha formado o provocar turbidez. Ajustar el pH de la muestra entre 3 y 4 añadiendo gota a gota un ácido o una base sin hierro tal como el ácido sulfúrico[1] 1,0 N o el hidróxido de sodio[1] 1,0 N controlándolo con el medidor de pH o con papel pH. Corregir el volumen si se utilizan volúmenes importantes de ácido o de base. Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

[1] En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico lavadas con ácido. Para el almacenamiento, ajustar el pH a 2 o un valor inferior con ácido nítrico*, ACS (unos 2 mL por litro). Las muestras conservadas se pueden almacenar hasta un máximo de 6 meses a temperatura ambiente. Si sólo se va a controlar el hierro disuelto, filtrar la muestra inmediatamente después de recogerla y antes de la adición de ácido nítrico.

Antes del análisis, ajustar el pH a un valor comprendido entre 3 y 4 con hidróxido sódico* 5,0 N. No exceder de pH 5 pues el hierro puede perderse como precipitado.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Abrir una botella de solución patrón de hierro, de 10 mg/L Fe.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de las tres cubetas. Llenar los tubos hasta la marca de 10 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

Nota: *Para las ampollas AccuVac, añadir 0,5 mL, 1,0 mL y 1,5 mL del patrón a cada uno de los tres tubos mezcladores* de 50 mL. Llenar los tubos hasta la marca de 50 mL con la muestra. Trasvasar 40 mL de cada uno de los tres tubos mezcladores a tres vasos de precipitados de 50 mL. Analizar la muestra tras cada adición de patrón, siguiendo el proceso antes descrito. Aceptar la medida de cada adición de patrón, pulsando* ***Medición****. Cada adición deberá reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.*

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón

1. Usando los artículos de vidrio, preparar una solución patrón de 1,000 mg/L de hierro pipeteando 5,00 mL de un patrón de 100 mg/L de hierro en un matraz volumétrico de 500 mL. Diluir hasta la marca de 500 mL con agua desionizada. Preparar esta solución cada día. Efectuar el procedimiento de la manera descrita.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 1,000 mg/L de Fe, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Resumen del principo operativo

En presencia del hierro ferroso, el reactivo TPTZ forma un color intenso azul-violeta. El indicador se mezcla con un agente reductor que convierte el hierro precipitado o en suspensión, tal como el óxido de hierro y el hierro ferroso. La cantidad de hierro ferroso presente puede determinarse calculando la diferencia entre el resultado de un análisis del hierro ferroso y la concentración del hierro total. Los resultados del ensayo se miden a 590 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Sobres de reactivo TPTZ en polvo, tamaño 10 mL	1	100/paquete	26087-99
O			
Ampollas AccuVac hierro TPTZ	1	25/paquete	25100-25

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1	cada uno	21228-00

Reactivos y materiales recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de hierro, 100 mg/L Fe	100 mL	14175-42
Solución patrón de hierro, 10 mg/L Fe	500 mL	140-49
Patrón de control de calidad del agua potable, parámetro mixto para los metales, rango bajo Cu, Fe, Mn	500 mL	28337-49
Patrón de control de calidad del agua potable, parámetro mixto para los metales, rango alto Cu, Fe, Mn	500 mL	28336-49
Agua desionizada	4 L	272-56

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Tubo mezclador, graduado, 50 mL	1896-41
Ácido nítrico, concentrado	152-49
Hidróxido de sodio, 5,0 N	2450-32
Solución patrón de hidróxido de sodio, 1,0 N	1270-32
Ácido sulfúrico, 1,0 N	1045-32

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Hierro

Método 8147
Pour-Thru Cell

Método FerroZine Rapid Liquid[1]
(0,009 – 1,400 mg/L Fe)

Campo de aplicación: Para agua de caldera, agua de refrigeración y aguas naturales

[1] Adaptación de Stookey, L. L., Anal. Chem., 42 (7), 779 (1970)

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

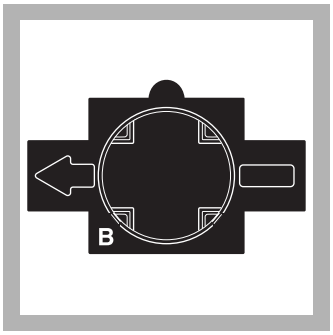
Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Si la muestra contiene óxido de hierro, véase "Interferencias" en página 3.
La determinación del hierro total requiere digestión previa.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").
Después de añadir el reactivo se formará un color purpúreo si existe hierro.
Aclarar los articulos de vidrio con ácido clorhídirco 1:1. Aclarar de nuevo con agua desionizada. Estos dos pasos eliminarán los depósitos de hierro que pueden provocar errores.
Prepare la celda de flujo Pour-Thru preparando una solución de 1 mL de Reactivo Ferrozina por 50 mL de agua desionizada. Vierta esta solución en la celda y permita que permanezca ahí aproximadamente 5 minutos para reaccionar con cualquier traza de hierro en la celda y en el tubo. Enjuáguelo con agua libre de hierro.
El reactivo de hierro FerroZine puede cristalizar o precipitar en caso de exposición a bajas temperaturas durante el transporte. La calidad del reactivo no está afectada. Colocar el reactivo en agua templada para redisolverlo.

Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Reactivo de hierro FerroZine en solución	1,0 mL
Agua desionizada	variable
Tubo mezclador, graduado, 50 mL, pp	1
Dispensador, Repipet Jr., 1,0 mL, con botella	1
Matraz Erlenmeyer, PMP con tapón, 125 mL	2
Set de Pour-Thru Cell	1

Nota: *En la pág. 6 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

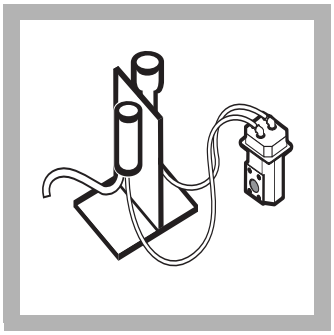
Pour-Thru Cell — Método 8147

1. Seleccionar el test.



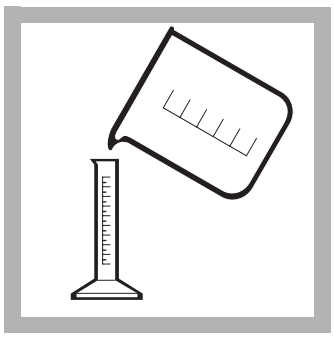
2. Insertar el adaptador B.

Colocar la Pour-Thru Cell en el soporte portacubetas con el camino óptico de una pulgada (redonda) en línea con la flecha del adaptador.

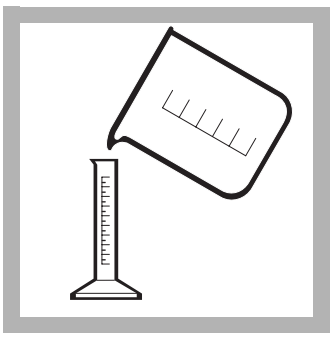


3. Lavar la Pour-Thru Cell con 50 mL agua desionizada.

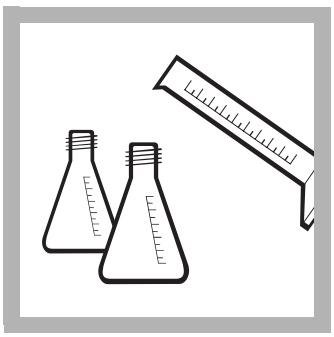
4. Aclarar dos matraces Erlenmeyer de 125 mL tres veces con muestra.



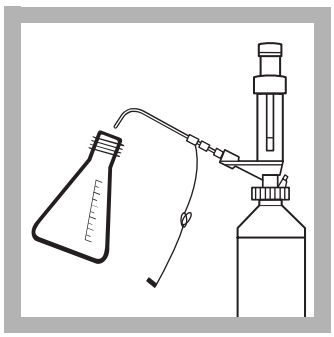
5. Aclarar un tubo mezclador graduado limpio de 50 mL de plástico tres veces con muestra.



6. Llenar el tubo limpio hasta la marca de 50 mL con muestra.



7. La muestra preparada: verter el contenido del tubo en uno de los dos matraces Erlenmeyer.



8. Con un dispensador Repipet Jr. añadir 1,0 mL de solución de reactivo Ferro Zine en uno de los dos matraces Erlenmeyer. Agitar, con rotación, para mezclar.

9. Preparación del blanco: medir otra porción de 50 mL de muestra en el tubo mezclador graduado de plástico y verter el contenido del tubo en otro de los dos matraces Erlenmeyer.

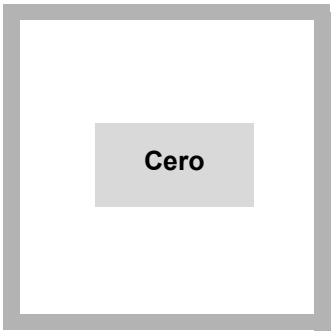
10. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 5 minutos.

11. Después de que suene el temporizador, la pantalla indicará:

mg/L Fe

Verter el contenido del matraz que contiene el blanco en la Pour-Thru Cell.



12. Cuando termine el flujo, seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.000 mg/L Fe

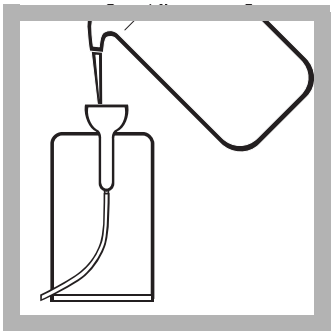
13. Verter el contenido del matraz que contiene la muestra preparada en la PourThru-Cell.

14. *En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Cuando termine el flujo, seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en:

mg/L Fe



15. Aclarar la Pour-Thru Cell inmediatamente después del uso con 50 mL adicionales de agua desionizada.

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Agentes altamente tamponados (EDTA)	Interfieren a todos los niveles. Para estas muestras se recomiendan los métodos FerroVer y TPTZ. Se aconseja el método TPTZ para las concentraciones más débiles.
Cobalto	Pueden interferir provocando unos resultados demasiado altos.

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Cobre	Pueden interferir provocando unos resultados demasiado altos.
Hidróxidos	Hervir 1 minuto al baño maría la muestra tras haber añadido el reactivo FerroZine en el paso 7. Enfriar a 24 °C (75 °F) antes de pasar al paso 8. Aumentar el volumen a 50 mL con agua desionizada.
Magnetita (óxido negro de hierro) o ferritas	**1.** Medir 50 mL de muestra en un tubo mezclador graduado. **2.** Verter esta muestra en un Erlenmeyer de 125 mL. **3.** Añadir 1,0 mL de reactivo FerroZine en solución[1] y agitar con rotación para mezclar. **4.** Colocar el Erlenmeyer sobre una placa calefactora o una llama y llevar a ebullición. **5.** Continuar hirviendo lentamente durante 20 – 30 minutos. ***Nota:*** *No evaporar en seco.* **6.** Colocar de nuevo la muestra tratada en el tubo mezclador. Aclarar el Erlenmeyer con pequeñas cantidades de agua desionizada y añadir al tubo. ***Nota:*** *En presencia de hierro aparecerá un color violeta.* **7.** Completar el volumen hasta los 50 mL con agua desionizada. **8.** Verter la solución en un Erlenmeyer de 125 mL y agitar con rotación para mezclar. A continuación efectuar los pasos 8 – 13 del procedimiento.
Óxido de hierro	Hervir 1 minuto al baño maría la muestra tras haber añadido el reactivo FerroZine en el paso 7. Enfriar a 24 °C (75 °F) antes de pasar al paso 8. Aumentar el volumen a 50 mL con agua desionizada.

[1] En la pág. 6 encontrará "Reactivos necesarios".

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico lavadas con ácido. Para el almacenamiento, ajustar el pH a 2 o un valor inferior con ácido nítrico concentrado, ACS* (unos 2 mL por litro). Las muestras conservadas se pueden almacenar hasta un máximo de 6 meses a temperatura ambiente. Si sólo se va a controlar el hierro disuelto, filtrar la muestra inmediatamente después de recogerla y antes de la adición de ácido nítrico.

Antes del análisis, ajustar el pH a un valor comprendido entre 3 y 5 con hidróxido de amonio*, ACS. No exceder de pH 5 pues el hierro puede perderse como precipitado.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor

Conservación del material de análisis de laboratorio

Limpiar a fondo todos los recipientes utilizados durante este ensayo, para eliminar toda traza de hierro. Limpiar los recipientes con una solución ácido clorhídrico*, 1:1, o con una dilución de reactivo de FerroZine en agua ultrapura en una proporción de 1 a 50 y dejar en remojo. Aclararlos varias veces con agua desionizada.

Mantener los matraces bien cerrados cuando no se estén utilizando. Utilizar éstos sólamente para análisis de hierro. Si se aclaran y tapan los recipientes después de cada uso, solamente el tratamiento ocasional con HCL o FerroZine es necesario.

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos opcionales".

Limpieza de la Pour-Thru Cell

Este tipo de cubeta puede acumular precipitados de productos coloreados, especialmente si se deja que las soluciones reaccionadas permanezcan mucho tiempo en la cubeta tras el análisis. Para eliminar el color, aclarar primero con una dilución de hidróxido amónico* en una relación de 1 a 5 y luego, varias veces, con agua desionizada. Cuando no se esté utilizando la Pour-Thru Cell, invertir un vaso de precipitados sobre el embudo de vidrio de la misma.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Romper el cuello de una ampolla Voluette de solución patrón de hierro, 25 mg/L Fe.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,2, 0,4 y 0,6 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores. Llenar los tubos hasta la marca de 50 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,2 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón

1. Preparar una solución patrón de hierro, 1,0 mg/L Fe, pipeteando 5,00 mL de un patrón de 100 mg/L de hierro en un matraz volumétrico de 500 mL. Diluir hasta la marca de 500 mL con agua desionizada. Preparar esta solución cada día. Efectuar el procedimiento de la manera descrita.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 1,0 mg/L Fe, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajustar** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajustar**.

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos opcionales".

Resumen del principo operativo

El reactivo FerroZine forma un complejo de color violeta con los restos de hierro en la muestra tamponada con un pH 3,5. Este método se puede aplicar para determinar los restos de hierro en los reactivos químicos y los glicoles y puede utilizarse para analizar las muestras que contengan magnetita (óxido de hierro negro) o de las ferritas. Los resultados del ensayo se miden a 562 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Reactivo de hierro FerroZine en solución	1 mL	500 mL	2301-49
Agua desionizada	variable	4 L	272-56

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, para cubetas de de camino óptico múltiple e para cubetas Pour Thru Cell	1	cada uno	LZV585
Tubo mezclador, graduado, 50 mL, PP	1	cada uno	1081-41
Dispensador, Repipet Jr., 1,0 mL, con botella	1	cada uno	21113-02
Matraz Erlenmeyer, PMP con tapón, 125 mL	2	cada uno	20898-43
Set de Pour-Thru Cell	1	cada uno	59404-00

Reactivos y materiales recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Matraz, volumétrico, clase A, 500 mL	cada uno	14174-49
Solución patrón de hierro 100 mg/L Fe	100 mL	14175-42
Solución patrón de hierro, 10 mL ampolla Voluette, 25 mg/L Fe	16/paquete	14253-10
Solución patrón de hierro, 1 mg/L Fe	500 mL	139-49
Patrón de control de calidad del agua potable, parámetro mixto para los metales, rango bajo Cu, Fe, Mn	500 mL	28337-49
Pipeta, TenSette, 0,1 – 1,0 mL	cada uno	19700-01
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 19700-01	50/paquete	21856-96
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 19700-01	1000/paquete	21856-28
Pipeta volumétrica, clase A, 5,00 mL	cada uno	14515-37
Pipeteador	cada uno	14561-00

Reactivos opcionales

Descripción	Ref.
Hidróxido de amonio, ACS, 58 %	106-49
Ácido clorhídrico, 1:1, 6N	884-49
Ácido nítrico ACS, concentrado	152-49

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Nitrato

Método 8171 Método de reducción de cadmio

Sobres de reactivo en polvo o ampollas AccuVac (0,1 – 10,0 mg/L NO_3^-–N)

Campo de aplicación: Para agua, aguas residuales y agua de mar

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").
Después de la disolución del NitraVer 5 quedarán partículas de cadmio no oxidado. Esto no afecta al resultado final.
Este método es sensible a la técnica. El tiempo de agitación y la técnica influyen en la formación del color. Para obtener resultados de máxima precisión, realizar análisis sucesivos en una solución patrón de 10,0 mg/L de nitrato-nitrógeno. Ajustar los tiempos de agitación para obtener el resultado correcto.
Aclarar la cubeta y el tubo mezclador inmediatamente después de su utilización para eliminar todas las partículas de cadmio. Conservar la muestra usada para la disposición apropriada de los desechos peligrosos para el cadmio.
Las muestras usadas contienen cadmio. Productos químicos y soluciones para análisis deben descartarse de acuerdo a los reglamentos nacionales pertinentes. Los empaques de los productos deben descartarse según los reglamentos específicos del país o ser sometidos a un sistema de retorno.

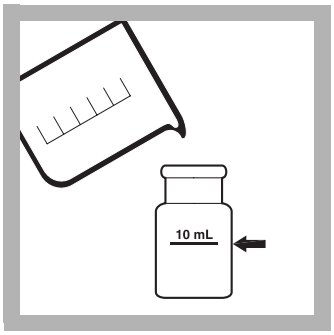
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Análisis con sobres de reactivo en polvo:	
Sobres de reactivo nitrato NitraVer 5 en polvo	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Tapón, Neopreno, tamaño nº2, sólido	2
Análisis con ampollas AccuVac:	
Recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL	40 mL
Ampollas AccuVac de reactivo nitrato NitraVer 5	1
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1

Nota: *En la pág. 6 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

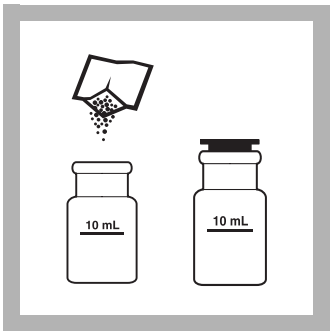
Sobres de reactivo en polvo — Método 8171

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



3. Llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



4. La muestra preparada: añadir el contenido de un sobre de reactivo de nitrato NitraVer 5 en polvo a la cubeta.

Tapar la cubeta con un tapón.

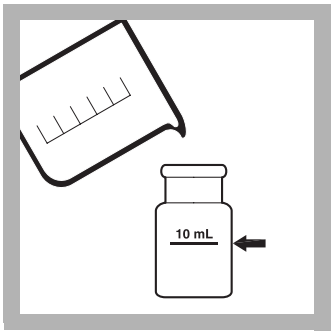
5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 1 minuto. Agitar vigorosamente la cubeta hasta que suene el temporizador.

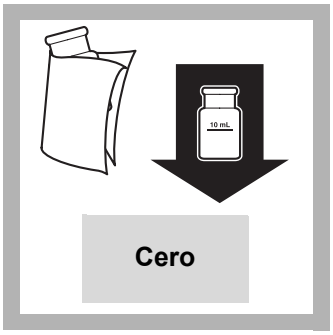
6. Después de que suene el temporizador, seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 5 minutos.

En presencia de nitrato, aparecerá un color ámbar.



7. Preparación del blanco: después de que suene el temporizador llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



8. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.0 mg/L NO_3^-–N

9. Dentro de los 2 minutos después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

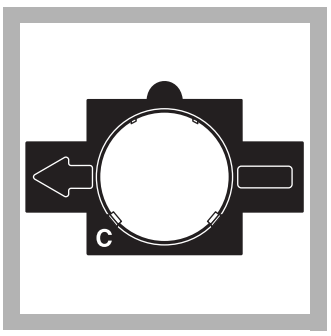
10. *En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L NO_3^-–N**

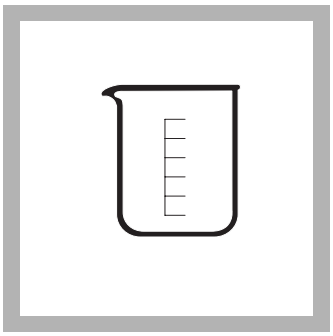
Ampollas AccuVac — Método 8171

1. Seleccionar el test.

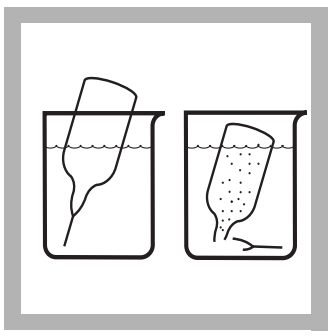


2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.



3. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

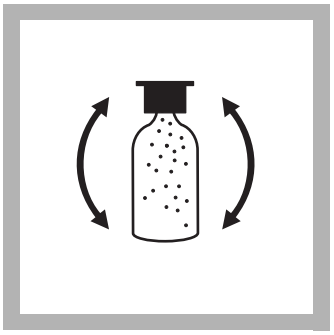


4. Llenar una ampolla AccuVac de reactivo de nitrato NitraVer 5 con muestra.

Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena. Colocar un tapón sobre la punta del ampule.

5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 1 minuto.

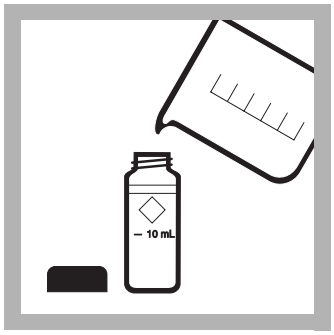


6. Hasta que suene el temporizador, invertir la ampolla 48 – 52 veces para mezclar.

7. Después de que suene el temporizador, seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

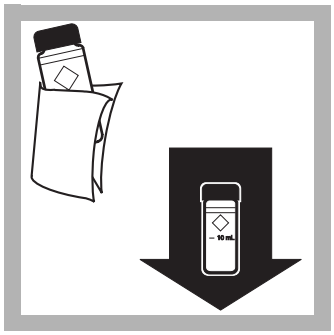
Comienza un período de reacción de 5 minutos.

En presencia de nitrato, aparecerá un color ámbar.

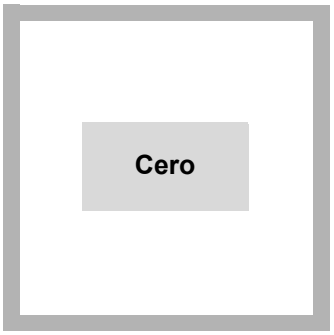


8. Preparación del blanco: después de que suene el temporizador llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Tapar la cubeta.



9. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.



10. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.0 mg/L NO_3^-–N

11. Dentro de los 2 minutos después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

12. *En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L NO_3^-–N**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Cloruro	Las concentraciones de cloruro superiores a 100 mg/L dan resultados demasiado bajos. Para determinar el nitrato en las muestras que tengan una alta concentración de cloruro o de agua de mar, realizar una calibración manual. Preparar soluciones patrón de nitrato que tengan aproximadamente la misma concentración de cloruro que las muestras que se van a analizar.
Hierro (III)	Interfiere a todos los niveles
Nitrito	Interfiere a todos los niveles Compensar la interferencia por nitrito de la forma siguiente: **1.** Añadir agua de bromo[1] 30 g/L gota a gota a la muestra hasta que aparezca un color amarillo persistente. **2.** Añadir una gota de solución de fenol[1], 30 g/L para eliminar el color amarillo. Continuar la técnica del nitrato. Registrar los resultados en forma de nitrato total o nitrito total.
pH	Las muestras altamente tamponadas o con un pH extremo pueden superar el poder de tampón de los reactivos y por tanto requerir que la muestra sea tratada previamente.
Sustancias muy oxidantes o muy reductoras	Interfiere a todos los niveles

[1] En la pág. 7 encontrará reactivos y materiales opcionales.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Los resultados más fiables se obtienen cuando se analizan las muestras tan pronto como sea posible tras su toma. Si no es posible realizar un análisis inmediato, almacenar las muestras en recipientess de vidrio o de plástico limpios hasta 48 horas a 4 °C. Si desea almacenar las muestras durante más tiempo, añadir 2 mL de ácido sulfúrico concentrado* para análisis (H_2SO_4) por cada litro y almacenar a 4 °C.

Antes de realizar el análisis, calentar las muestras a temperatura ambiente y ajustar el pH a 7 con hidróxido de sodio 5,0 N. No utilizar derivados del mercurio para conservarlo.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento. Verificar la forma química.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Abrir una botella nueva de solución patrón de nitrato nitrógeno, 100 mg/L NO_3^-–N.

*En la pág. 7 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de las tres cubetas*. Llenar los tubos hasta la marca de 10 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

Nota: *Para las ampollas AccuVac, añadir 0,1 mL, 0,2 mL y 0,3 mL del patrón de nitrato nitrógeno, 500 mg/L NO_3^-–N, en ampolla , a cada uno de los tres tubos mezcladores de 50 mL. Llenar los tubos hasta la marca de 50 mL con la muestra. Trasvasar 40 mL de cada uno de los tres tubos mezcladores a tres vasos de precipitados de 50 mL. Analizar la muestra tras cada adición de patrón, siguiendo el proceso antes descrito. Aceptar la medida de cada adición de patrón, pulsando* ***Medición****. Cada adición deberá reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.*

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón

1. Para comprobar la precisión, sustituir una solución patrón de nitrato nitrógeno de 5,0 mg/L por la muestra analizada y efectuar el procedimiento de la manera descrita.

2. Preparar esta solución patrón, diluyendo 5,0 mL una solución patrón de nitrato nitrógeno, 100 mg/L, con agua desionzada a 100 mL y mezclar concienzudamente.

3. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 5,0 mg/L de nitrato nitrógeno, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

4. Pulsar **On**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Resumen del principo operativo

El cadmio metálico reduce a nitrito el nitrato presente en la muestra. El ión nitrito reacciona en medio ácido con el ácido sulfanílico para formar una sal de diazonio intermedia. Esta sal reacciona con el ácido gentísico para formar una solución de color ámbar. Los resultados del ensayo se miden a 400 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Sobres de reactivo nitrato NitraVer 5 en polvo (para 10 mL muestra)	1	100/paquete	21061-69
O			
Ampollas AccuVac de reactivo nitrato NitraVer 5	1	25/paquete	25110-25

* En la pág. 7 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02
Tapones, Neopreno, tamaño nº 2, sólidos	2	12/paquete	14808-02

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1	cada uno	21228-00

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Matraz, volumétrico, Clase A, 100 mL	cada uno	14574-42
Patrón de agua potable, parámetro mixto, Control de calidad (QC) para: F, NO_3–N, PO_4, SO_4	500 mL	28330-49
Solución de nitrato nitrógeno, 100 mg/L NO_3^-–N	500 mL	1947-49
Solución de nitrato nitrógeno, 10 mL ampolla, 500 mg/L NO_3^-–N	16/paquete	14260-10
Pipeta, TenSette, 0,1 – 1,0 mL	cada uno	19700-01
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 19700-01	50/paquete	21856-96
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 19700-01	1000/paquete	21856-28
Pipeta volumétrica, Clase A, 5,00 mL	cada uno	14515-37
Pipeteador	cada uno	14561-00
Agua desionizada	4 L	272-56

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Agua de bromo, 30 mg/L	2211-20
Tubo mezclador, graduado	20886-41
Solución de fenol, 30 mg/L	2112-20
Solución patrón de hidróxido sódico, 5,0 N	2450-53
Ácido sulfúrico, concentrado	979-49

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Nitrato

Método 8192 — Método de reducción de cadmio

Sobres de reactivo en polvo — (0,01 – 0,50 mg/L NO_3^-–N)

Campo de aplicación: Para agua, aguas residuales y agua de mar

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").
Después de la disolución del NitraVer 6 quedarán partículas de cadmio no oxidado. Esto no afecta al resultado final.
El tiempo y la técnica de agitación influyen en el desarrollo del color. Analizar una solución patrón varias veces y ajustar el tiempo de agitación para obtener el resultado correcto. Utilizar este tiempo para analizar las muestras.
Aclarar la cubeta y el tubo mezclador inmediatamente después de su utilización para eliminar todas las partículas de cadmio.
Las muestras usadas contienen cadmio. Productos químicos y soluciones para análisis deben descartarse de acuerdo a los reglamentos nacionales pertinentes. Los empaques de los productos deben descartarse según los reglamentos específicos del país o ser sometidos a un sistema de retorno.

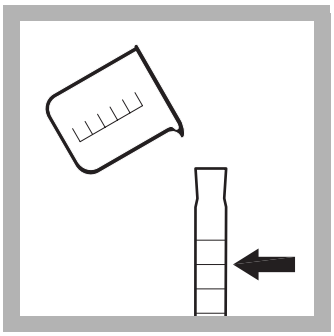
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Sobres de reactivo nitrato NitraVer 6 en polvo	1
Sobres de reactivo nitrito NitriVer 3 en polvo	1
Tubo mezclador, graduado, 25 mL, con tapón	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2

Nota: *En la pág. 5 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

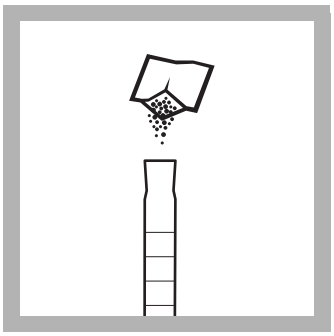
Sobres de reactivo en polvo — Método 8192

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



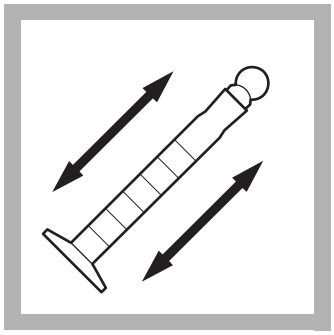
3. Llenar un tubo mezclador graduado de 25 mL hasta la marca de 15 mL con muestra.



4. Añadir el contenido de un sobre de reactivo de nitrato NitraVer 6 en polvo al tubo. Tapar el tubo.

5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

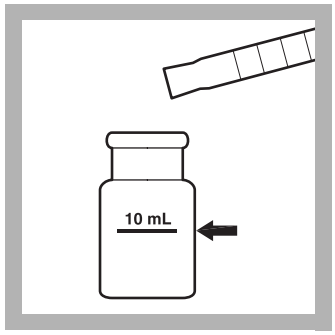
Comienza un período de reacción de 3 minutos.



6. Agitar fuertemente el tubo durante 3 minutos.

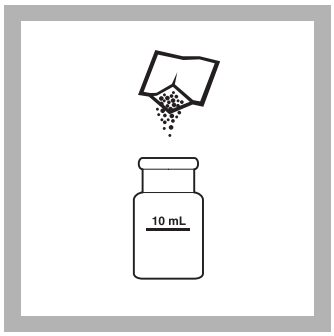
7. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 2 minutos.



8. Después de que suene el temporizador, verter con precaución 10 mL de muestra del tubo en una cubeta cuadrada de una pulgada limpia.

Procurar no transferir partículas de cadmio.

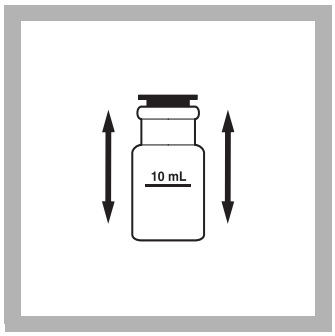


9. La muestra preparada: añadir el contenido de un sobre de reactivo de nitrito NitriVer 3 en polvo a la cubeta.

Tapar la cubeta.

10. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 30 segundos.

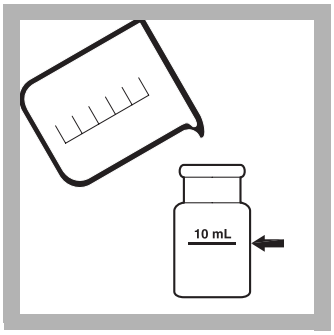


11. Agitar cuidadosamente 30 segundos para mezclar.

En presencia de nitrato aparecerá un color rosa.

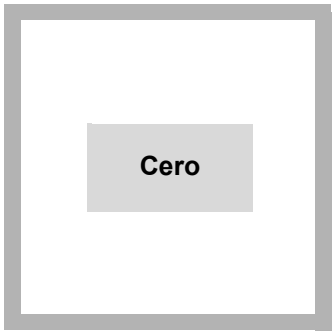
12. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 15 minutos.



13. Preparación del blanco: después de que suene el temporizador, llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

14. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.



15. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L NO_3^-–N

16. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L NO_3^-–N**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Calcio	100 mg/L
Cloruro	Las concentraciones de cloruro superiores a 100 mg/L dan resultados demasiado bajos. Para determinar el nitrato en las muestras que tengan una alta concentración de cloruro o de agua de mar, realizar una calibración manual. Preparar soluciones patrón de nitrato que tengan aproximadamente la misma concentración de cloruro que las muestras que se van a analizar.
Hierro(III)	Interfiere a todos los niveles
Nitrito	Interfiere a todos los niveles. Este método mide el nitrato y el nitrito presentes en la muestra. En presencia de nitrito, debe analizarse el nitrito en la muestra con programa 371. Tratar previamente la muestra para medir el nitrato con el siguiente tratamiento; a continuación restar la cantidad de nitrito encontrada de los resultados del análisis del nitrato de rango bajo: **1.** Añadir agua de bromo[1] 30 g/L en el paso 4 gota a gota a la muestra hasta que aparezca un color amarillo persistente. Mezclar después de agregar cada gota. **2.** Añadir una gota de solución de fenol[1], 30 g/L para eliminar el color amarillo. Continuar la técnica del nitrato.

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
pH	Las muestras altamente tamponadas o con un pH extremo pueden superar el poder de tampón de los reactivos y por tanto requerir que la muestra sea tratada previamente.
Sustancias muy oxidantes o muy reductoras	Interfiere a todos los niveles

[1] En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Muestreo, almacenamiento y preservación

Los resultados más fiables se obtienen cuando se analizan las muestras tan pronto como sea posible tras su toma. Si no es posible realizar un análisis inmediato, almacenar las muestras en recipientess de vidrio o de plástico limpios hasta 48 horas a 4 °C. Si desea almacenar las muestras durante más tiempo, añadir 2 mL de ácido sulfúrico concentrado* para análisis (H_2SO_4) por cada litro y almacenar a 4 °C.

Antes de realizar el análisis, calentar las muestras a temperatura ambiente y ajustar el pH a 7 con hidróxido de sodio 5,0 N*. No utilizar derivados del mercurio para conservarlo.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Romper el cuello de una ampolla Voluette de solución patrón de nitrato nitrógeno, 12,0 mg/L NO_3^-–N.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores*. Llenar los tubos hasta la marca de 15 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Ajuste del patrón

1. Para comprobar la precisión, sustituir una solución patrón de nitrato nitrógeno de 0,40 mg/L por la muestra analizada y efectuar el procedimiento de la manera descrita. Preparar esta solución patrón, diluyendo 4,00 mL de una solución patrón de nitrato nitrógeno,10 mg/L, con agua desionizada a 100 mL.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 0,40 mg/L NO_3^-–N, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Resumen del principo operativo

El cadmio reduce el nitrato de la muestra a nitrito. El ión nitrito reacciona con el ácido sulfanílico para formar una sal de diazonio intermedia que reacciona con el ácido cromotrópico para producir un complejo de color rosa. Los resultados del ensayo se miden a 507 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Set de reactivos de nitrato, rango bajo, incluye:	–	–	24298-00
Sobres de reactivo nitrato NitraVer 6 en polvo	1	100/paquete	21072-49
Sobres de reactivo nitrito NitriVer 3 en polvo	1	100/paquete	21071-69

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Tubo mezclador, graduado, 25 mL, con tapón	1	cada uno	20886-40
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Reactivos y materiales recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Matraz, volumétrico, Clase A, 100 mL	cada uno	14574-42
Solución de nitrato nitrógeno, 10,0 mg/L NO_3^-–N	500 mL	307-49
Solución de nitrato nitrógeno, ampolla Voluette, 12 mg/L NO_3^-–N	16/paquete	14333-10
Pipeta, TenSette, 0,1 – 1,0 mL	cada uno	19700-01
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 19700-01	50/paquete	21856-96
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 19700-01	1000/paquete	21856-28
Pipeta volumétrica, Clase A, 4,00 mL	cada uno	14515-04
Agua desionizada	4 L	272-56

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Agua de bromo, 30 mg/L	2211-20
Solución de fenol, 30 mg/L	2112-20
Solución patrón de hidróxido sódico, 5,0 N	2450-53
Ácido sulfúrico, concentrado	979-49

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Nitrito

Método 8153

Sobres de reactivo en polvo

Método del sulfato ferroso[1]

(2 – 250 mg/L NO_2^-)

Campo de aplicación: Para agua de torres de refrigeración

[1] Adaptación de McAlpine, R. und Soule B., *Qualitative Chemical Analysis*, New York 476, 575 (1933)

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").
En presencia de nitrito aparecerá un color marrón verdoso, después de la adición del reactivo.

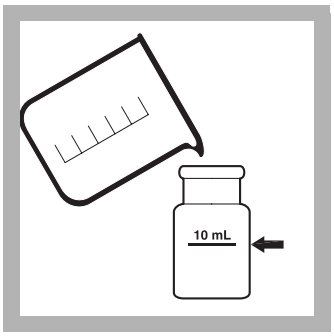
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Sobres de reactivo nitrito NitriVer 2 en polvo	1
Agua desionizada	variable
Tapón, Neopreno, tamaño nº1, sólido	2
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2

Nota: *En la pág. 3 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

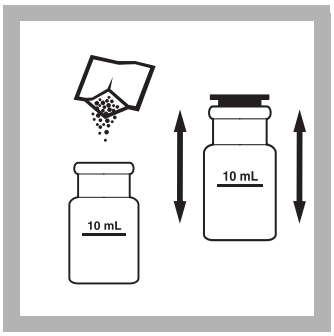
Sobres de reactivo en polvo — Método 8153

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



3. Llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

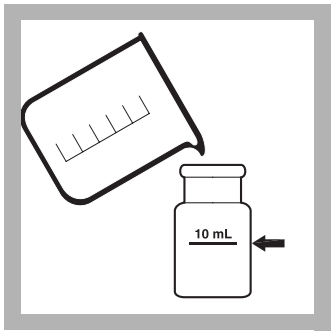


4. La muestra preparada: añadir el contenido de un sobre de reactivo de nitrito NitriVer 2 en polvo. Tapar y agitar para disolver el polvo.

5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

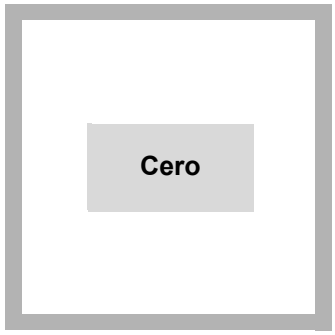
Comienza un período de reacción de 10 minutos.

Para evitar los resultados bajos, dejar la muestra sobre una superficie plana, **en total reposo**, **durante el periodo de reacción.**



6. Preparación del blanco: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

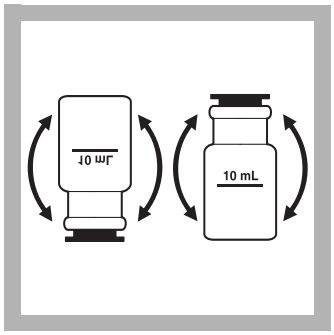
7. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.



8. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0 mg/L NO_2^-



9. Después de que suene el temporizador, invertir la cubeta (la muestra preparada) 2 veces **cuidadosamente**.

Evitar la mezcla excesiva o podrán producirse resultados bajos.

10. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

11. *En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L NO_2^-**

Interferencias

Esta prueba no mide nitratos ni es aplicable a muestras con base de glicol. Diluir las muestras con base de glicol y realizar la metódica 8507, de Nitrito bajo rango.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas limpias de vidrio o plástico.

Las siguientes indicaciones de almacenamiento son necesarias únicamente en el caso de que no se pueda realizar la analítica inmediatamente. Almacenar a 4 °C (39 °F) o menos si la muestra va a ser analizada dentro de las 24 o 48 horas siguientes. Antes de realizar el análisis, calentar las muestras a temperatura ambiente. No utilizar productos de conservación ácidos.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón
La preparación de patrones de nitrito es difícil. Sólo un químico experimentado debe preparar los patrones. El fabricante recomienda que se sigan las instrucciones de preparación de soluciones patrón de *"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater"*. Preparar un patrón usando nitrito de sodio, 200 mg/L, ACS.

Resumen del principo operativo

El método utiliza sulfato ferroso en un medio ácido para reducir el nitrito a óxido nitroso. Los iones ferrosos se combinan con el óxido nitroso formando un complejo marrón verdoso directamente proporcional al nitrito presente. Los resultados del ensayo se miden a 585 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Sobres de reactivo nitrito NitriVer 2 en polvo	1	100/paquete	21075-69
Agua desionizada	variable	4 L	272-56

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02
Tapón, Neopreno, tamaño nº1, sólido	2	12/paquete	14808-01

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Balanza analítica, 115 VAC	28014-01
Nitrito de sodio, ACS	2452-01

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Nitrito

★Método 8507 — Método diazotación

Sobres de reactivo en polvo o ampollas AccuVac — (0,002 – 0,300 mg/L NO_2^-–N)

Campo de aplicación: Para agua, aguas residuales y agua de mar; aceptado por la USEPA (United States Environmental Protection Agency – Agencia de Protección Ambiental de los EE.UU.) para análisis de aguas residuales.[1]

[1] Federal Register, 44(85), 25505 (May 1, 1979)

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Para obtener resultados de mayor precisión determinar un valor blanco de reactivo para cada nuevo lote. Seguir el procedimiento utilizando agua desionizada en lugar de la muestra. Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra, respectivamente; con el instrumento se puede comparar automáticamente con el ajuste del blanco. (Véase el manual de instrucciones para obtener información adicional sobre el "Uso de un blanco de reactivo").

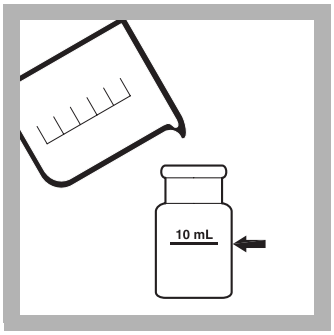
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Test con sobres de reactivo en polvo:	
Sobres de reactivo nitrito NitriVer 3 en polvo	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
AccuVac Test:	
Ampollas AccuVac de reactivo nitrito NitriVer 3	1
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas	1

Nota: *En la pág. 5 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

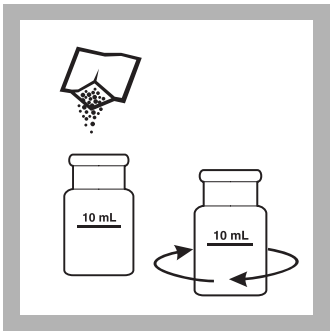
Sobres de reactivo en polvo — Método 8507

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

2. Seleccionar el test.



3. Llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



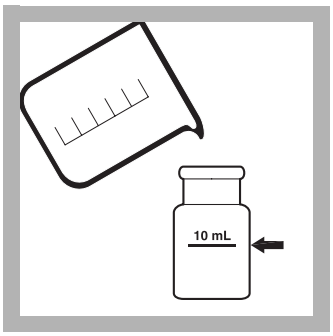
4. La muestra preparada: añadir el contenido de un sobre de reactivo de nitrito NitriVer 3 en polvo a la cubeta.

Agitar la cubeta, con rotación, para mezclar.

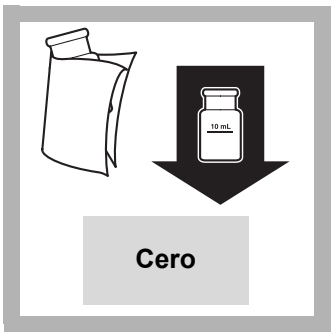
En presencia de nitrito aparecerá un color rosa.

5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 20 minutos.



6. Preparación del blanco: después de que suene el temporizador, llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



7. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.000 mg/L NO_2^-–N

8. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

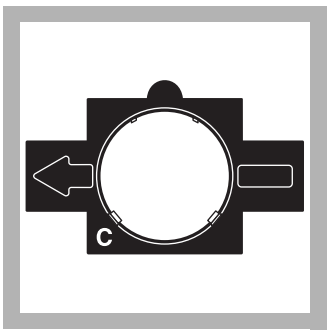
*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L NO_2^-–N**

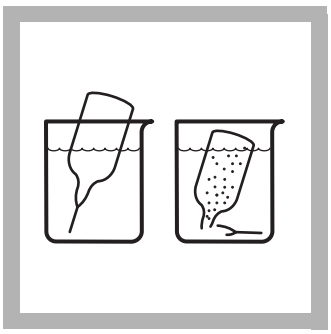
Ampollas AccuVac — Método 8507

1. Seleccionar el test.



2. Insertar el adaptador C.

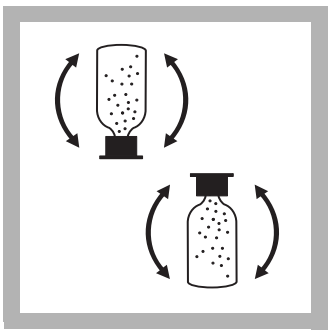
Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.



3. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar una ampolla AccuVac NitriVer 3 con muestra.

Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.



4. Invertir la ampolla rapidamente varias veces para mezclar.

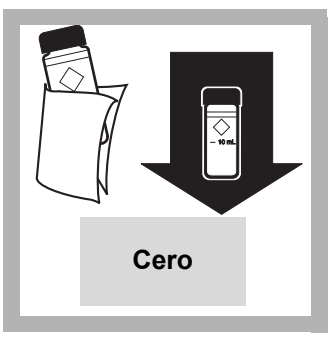
En presencia de nitrito aparecerá un color rosa.

5. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 20 minutos.

6. Preparación del blanco: después de que suene el temporizador, llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Tapar la cubeta.



7. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.000 mg/L NO_2^-–N

8. Limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

*En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L NO_2^-–N**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Iones antimonio	Interfieren provocando una precipitación
Iones aúricos	Interfieren provocando una precipitación
Iones bismuto	Interfieren provocando una precipitación
Iones cloroplatinatos	Interfieren provocando una precipitación
Iones cúpricos	Provocan resultados inferiores
Iones férricos	Interfieren provocando una precipitación
Iones ferrosos	Provocan resultados inferiores
Iones nitrato	Parece que las altas concentraciones de nitrato (de 100 mg/L N o más) sufren una ligera reducción del nitrito espontáneamente o durante el análisis. En ese caso, se observará un poco de nitrito.
Iones mercuriosos	Interfieren provocando una precipitación
Iones metavadanatos	Interfieren provocando una precipitación
Iones plata	Interfieren provocando una precipitación
Iones plomo	Interfieren provocando una precipitación
Sustancias muy oxidantes o muy reductoras	Interfieren a todos los niveles.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico limpias. Almacenar a una temperatura de 4 °C (39 °F), o inferior, si la muestra se ha de analizar dentro de un periodo de tiempo entre 24 a 48 horas. Antes de realizar el análisis, calentar las muestras a temperatura ambiente. No utilizar productos de conservación ácidos.

Comprobación de la precisión

Método con solución patrón
La preparación de muestras de nitrito es complicada. Hach recomienda que se sigan las instrucciones de preparación de soluciones patrón de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, Methode 4500-NO_2^-–B* . Preparar un solución patrón de 0,150 mg/L.

Resumen del principo operativo

El nitrito de la muestra reacciona con el ácido sulfanílico para formar sal de diazonio que reacciona con el ácido cromotrópico para producir un complejo de color rosa. Este color es proporcional a la cantidad de nitrito presente. Los resultados del ensayo se miden a 507 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Sobres de reactivo nitrito NitriVer 3 en polvo	1	100/paquete	21071-69
O			
Ampollas AccuVac de reactivo nitrito NitriVer 3	1	25/paquete	25120-25

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Materiales necesarios (Ampollas AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, 50 mL	1	cada uno	500-41H
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas	1	cada uno	21228-00

Reactivos y materiales recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Manual, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater		
Nitrito de sodio, ACS	454 g	2452-01
Agua desionizada	4 L	242-56

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Níquel

Método 8150 — Método del 1-(2 piridilazo)-2-naftol (PAN)[1]

Sobres de reactivo en polvo — (0,006 – 1,000 mg/L)

Campo de aplicación: Para agua y aguas residuales; la determinación de níquel total requiere una digestión previa.

[1] Adaptación des Watanabe, H.,Talanta, 21 295 (1974)

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
La concentración de cobalto puede determinarse con la misma muestra preparada en este procedimiento, seleccionando el programa Hach 110.

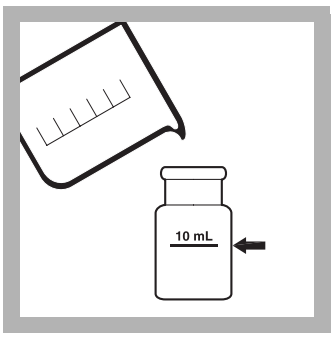
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Set de reactivos de níquel	
Sobres de reactivo de EDTA en polvo	2
Sobres de reactivo de phthalate-fosfato en polvo	2
Solución del indicador PAN, 0,3 %	1 mL
Agua desionizada	25 mL
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2
Tapón para cubeta	2

Nota: *En la pág. 5 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

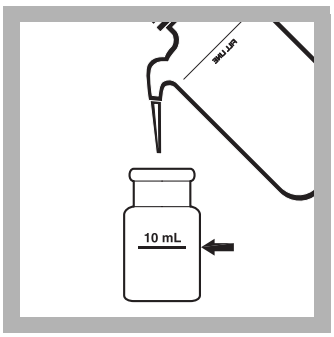
Sobres de reactivo en polvo — Método 8150

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

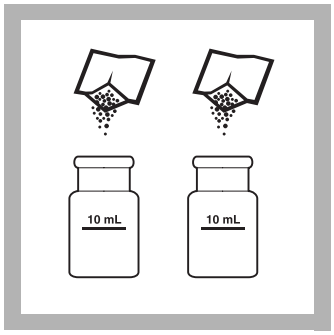
2. Seleccionar el test.



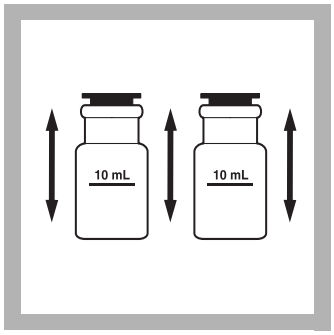
3. La muestra preparada: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



4. Preparación del blanco: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con agua desionizada.

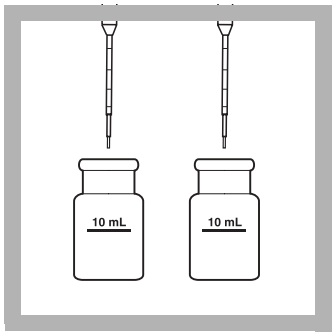


5. Añadir el contenido de un sobre de reactivo phthalate-fosfato en polvo a cada cubeta.

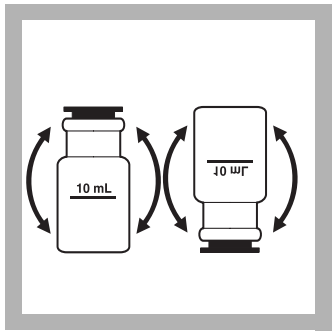


6. Tapar las cubetas y agitar para disolver el polvo.

Si la muestra contiene hierro (Fe^{3+}), todo el polvo debe estar disuelto antes de continuar con el paso 7.



7. Con el cuentagotas de plástico añadido agregar 0,5 mL de solución del indicador PAN 0,3 % a cada cubeta.

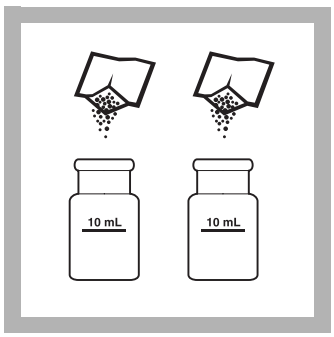


8. Tapar las cubetas e invertir varias veces para disolver el polvo.

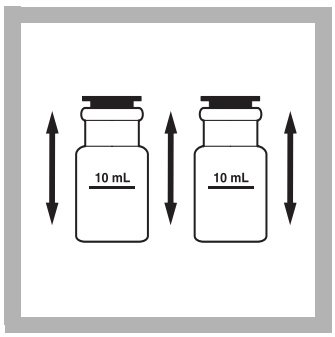
9. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 15 minutos.

Durante la formación del color, el color de la solución de análisis puede variar de naranja amarillento a rojo oscuro, dependiendo de la composición química de la muestra. El blanco debería presentar un color amarillo.

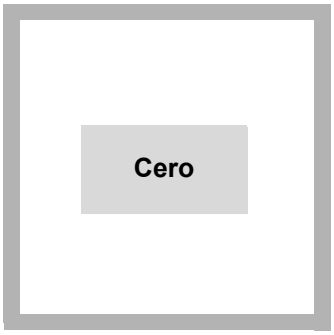


10. Después de que suene el temporizador, añadir el contenido de un sobre de reactivo EDTA en polvo a cada cubeta.



11. Tapar las cubetas y agitar para disolver el polvo.

12. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.



13. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.000 mg/L Ni

El instrumento medirá el cero a 560 y 620 nm.

14. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

15. *En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El instrumento medirá la muestra a 560 y 620 nm.

El resultado aparecerá en **mg/L Ni** y **mg/L Co**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Agentes quelantes	Interfiere a todos los niveles. Emplear el Digesdahl o bien una digestión vigorosa para eliminar esta interferencia.
Al^{3+}	32 mg/L
Ca^{2+}	1000 mg/L als $CaCO_3$
Cd^{2+}	20 mg/L
Cl^{-}	8000 mg/L
Cr^{3+}	20 mg/L
Cr^{6+}	40 mg/L
Cu^{2+}	15 mg/L
F^{-}	20 mg/L
Fe^{3+}	10 mg/L
Fe^{2+}	Interfiere directamente. No debe estar presente.
K^{+}	500 mg/L
Mg^{2+}	400 mg/L
Mn^{2+}	25 mg/L
Mo^{6+}	60 mg/L
Na^{+}	5000 mg/L
Pb^{2+}	20 mg/L

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Muestras con pH extremo o exceso de tamponaje	Pueden sobrepasar la capacidad tampón de los reactivos y hacer necesario el tratamiento previo de las muestras.
Zn^{2+}	30 mg/L

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de plástico lavadas con ácido. Para el almacenamiento, ajustar el pH a 2 o un valor inferior con ácido nítrico (unos 5 mL por litro). Las muestras conservadas se pueden almacenar hasta un máximo de 6 meses a temperatura ambiente. Antes del análisis, ajustar el pH a un valor comprendido entre 3 – 8 con hidróxido sódico* 5,0 N. Calentar a temperatura ambiente antes de realizar el ensayo.

No exceder de pH 8 pues el níquel puede perderse como precipitado.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Romper el cuello de una ampolla Voluette de solución patrón de níquel, 50 mg/L Ni.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores*. Llenar los tubos hasta la marca de 25 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

6. Verter 10 mL de cada adición de muestra en una cubeta de 10 mL y analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

*En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Ajuste del patrón

1. Preparar una solución de reserva de 5,00 mg/L de níquel pipeteando 5,00 mL de solución patrón de níquel, 1000 mg/L como Ni, en un frasco volumétrico de 1000 mL. Diluir hasta la marca de 1000 mL con agua desionizada. Preparar esta solución cada día.

2. Preparar una solución de trabajo de 0,5 mg/L Ni pipeteando 10,0 mL de la solución de reserva de 5,00 mg/L de níquel en un frasco volumétrico de 100 mL. Diluir hasta la marca con agua desionizada.Preparar esta solución cada día. Efectuar el procedimiento de níquel de la manera descrita.

3. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 0,5 mg/L Ni, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

4. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Resumen del principo operativo

Una vez tamponada la muestra y enmascarado el posible Fe^{3+} con pirofosfato, se hacen reaccionar el níquel y el cobalto con el indicador 1-(2-piridilazo)-2-naftol. El indicador forma complejos con la mayoría de los metales presentes. Tras la formación del color se añade EDTA para destruir todos los complejos de metales y PAN excepto niquel y cobalto. El instrumento se ajusta automáticamente frente a las interferencias de cobalto midiendo la absorbancia de la muestra a 560 y 620 nm. Este método es único debido a que el niquel y el cobalto pueden ser determinados en la misma muestra.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Set de reactivos de níquel (100 Tests), incluye:			26516-00
(2) Sobres de reactivo de EDTA en polvo	2	100/paquete	7005-99
(2) Sobres de reactivo de phthalate-fosfato en polvo	2	100/paquete	26151-99
(1) Solución del indicador PAN, 0,3 %	1 mL	100 mL MDB	21502-32
Agua desionizada	25 mL	4 L	272-56

Materiales necesarios (Sobres de reactivo en polvo)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02
Tapón para cubeta	2	6/paquete	1731-06

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de níquel, 1000 mg/L Ni (NIST)	100 mL	14176-42
Solución patrón de níquel, 50 mg/L Ni (NIST), 10 mL ampolla	16/paquete	25576-10

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Tubo mezclador, graduado	1896-40
Ácido nítrico 1:1	2540-49
Solución patrón de hidróxido de sodio, 5,0 N	2450-32

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Nitrógeno, Amoniacal

Método 8155

Método salicilato[1]

Sobres de reactivo en polvo

(0,01 – 0,50 mg/L NH_3–N)

Campo de aplicación: Para agua, aguas residuales y agua de mar

[1] Adaptación de *Clin. Chim. Acta., 14*, 403 (1966)

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
En presencia de nitrógeno amoniacal aparecerá un color verde.

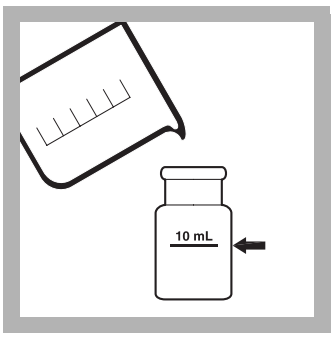
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Sobres de reactivo de cianurato de amoníaco en polvo	2
Sobres de salicilato de amoníaco en polvo	2
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2

***Nota:** En la pág. 4 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

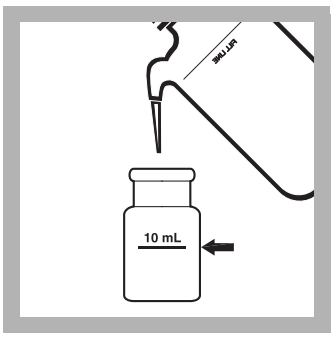
Sobres de reactivo en polvo — Método 8155

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

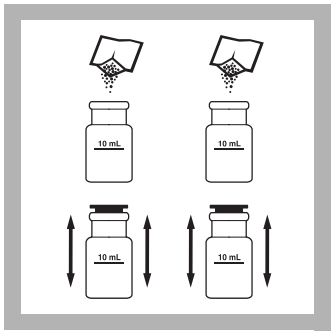
2. Seleccionar el test.



3. La muestra preparada: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



4. Preparación del blanco: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con agua desionizada.

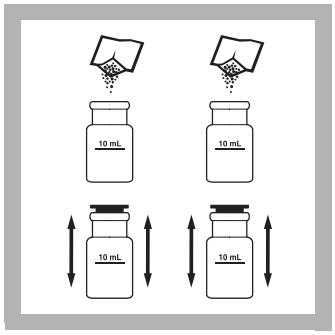


5. Añadir el contenido de un sobre de reactivo salicilato de amoniaco en polvo a cada cubeta.

Tapar las cubetas y agitar para disolver el polvo.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 3 minutos.



7. Después de que suene el temporizador, añadir el contenido de un sobre de reactivo de cianurato de amoníaco en polvo a cada cubeta.

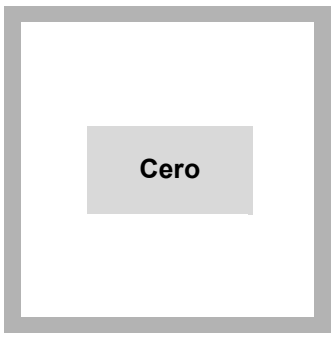
Tapar las cubetas y agitar para disolver el polvo.

8. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 15 minutos.

En presencia de nitrógeno amoniacal aparecerá un color verde.

9. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.



10. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L NH_3–N

11. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

12. *En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla **Medición** no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L NH_3–N**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Calcio	Mayor que 1000 mg/L en $CaCO_3$
Hierro	Interfiere a todos los niveles. Eliminar la interferencia de la siguiente forma: **1.** Determinar la cantidad de hierro en la muestra mediante un análisis de hierro total. **2.** Añadir la misma concentración de hierro al agua desionizada en el paso 4. De esta manera la interferencia del hierro en la muestra se compensará.

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Magnesio	Mayor que 6000 mg/L en $CaCO_3$
Monocloramina	La monocloramina presente en las aguas potables cloraminadas interfiere directamente a todos los niveles, dando unos resultados altos. Utilizar el método 10200, Amonio libre y Monocloramina, para determinar el amonio libre en estas muestras.
Nitrato	Mayor que 100 mg/L en NO_3^-–N
Nitrito	Mayor quer 12 mg/L en NO_2^-–N
Fosfato	Mayor que 100 mg/l en PO_4^{3-}–P
Sulfato	Mayor que 300 mg/L en SO_4^{2-}
Sulfuro	El sulfuro intensificará la intensidad del color. Eliminar la interferencia del sulfuro de la siguiente forma: **1.** Medir aproximadamente 350 mL de muestra en un matraz Erlenmeyer[1] de 500 mL. **2.** Añadir el contenido de sobre de inhibidor de sulfuro[1] en polvo. Agitar para mezclar. **3.** Filtrar la muestra a través de un papel filtro plegado[1] y un embudo[1]. **4.** Utilizar la solución filtrada como muestra de paso 3 del procedimiento.
Otras sustancias	Las interferencias menos frecuentes como la **hidracina** y la **glicina** provocan una intensificación del color en la muestra preparada. La **turbidez** y el **color** de la muestra nos dan valores erróneos por exceso. Las muestras que presentan interferencias importantes deben ser destiladas. Hach recomienda el procedimiento de destilación con el destilador Hach.

[1] En la pág. 5 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico limpias. Los resultados más fiables se obtienen cuando se analizan las muestras tan pronto como sea posible tras su toma.

Conservar la muestra reduciendo el pH a 2 o menos con ácido sulfúrico* (al menos 2 mL/L). Almacenar a 4 °C (39 °F) o menos. Las muestras preparadas pueden almacenarse hasta 28 días. Antes de realizar el análisis, calentar las muestras a temperatura ambiente y neutralizar con hidróxido de sodio*, 5,0 N.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Abrir una solución patrón de nitrógeno amoniaco, 10 mg/L como NH_3–N.

*En la pág. 5 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,2, 0,4 y 0,6 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores*. Llenar los tubos hasta la marca de 25 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,2 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón
Preparar una solución patrón de nitrato nitrógeno de 0,40 mg/L como sigue:

1. Preparar esta solución patrón, diluyendo 4,00 mL una solución patrón de nitrato nitrógeno, 10 mg/L, con agua desionzada a 100 mL. Preparar esta solución cada día y efectuar el procedimiento de la manera descrita.

   O

   Utilizando una pipeta TenSette, preparar una solución patrón de nitrógeno amoniacal, 0,40 mg/L, diluyendo 0,8 mL de una solución patrón de nitrógeno amoniacal en ampolla Voluette, 50 mg/L como NH_3–N, con agua desionziada a 100 mL.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 0,40 mg/L NH_3–N, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Resumen del principo operativo

Los compuestos de amoníaco se combinan con el cloro para formar monocloramina. La monocloramina reacciona con salicilato y forma 5-aminosalicilato, el cual se oxida en presencia de un catalizador de nitroprusiato sódico formando un compuesto de color azul. El color azul es enmascarado por el color amarillo del exceso de reactivo presente para dar una solución final de color verde. Los resultados del ensayo se miden a 655 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Set de reactivo de nitrógeno amoniacal, muestra de 10 mL (100 tests), incluye:	–	–	26680-00
(2) Sobres de reactivo de cianurato de amoníaco en polvo	2	100/paquete	26531-99
(2) Sobres de salicilato de amoníaco en polvo	2	100/paquete	26532-99

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Reactivos y materiales recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de nitrógeno amoniacal, 10 mg/L NH_3–N	500 mL	153-49
Solución patrón de nitrógeno amoniacal, 2 mL ampolla PourRite, 50 mg/L NH_3–N	20/paquete	14791-20
Patrón de agua residual, parámetro mixto, efluente, Control de calidad (QC) para: NH_3–N, NO_3–N, PO_4, CSB, SO_4, TOC	500 mL	28332-49
Pipeta, TenSette, 0,1 – 1,0 mL	cada uno	19700-01
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 19700-01	50/paquete	21856-96
Puntas de pipeta, para pipeta TenSette, 19700-01	1000/paquete	21856-28
Matraz, volumétrico, Clase A, 100 mL	cada uno	14574-42
Pipeta volumétrica, Clase A, 4,00 mL	cada uno	14515-04
Pipeteador	cada uno	14651-00
Agua desionizada	4 L	272-56

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Tubo mezclador, graduado	20886-40
Destilador Hach	22653-00
Matraz Erlenmeyer	505-49
Embudo	1083-67
Papel filtro plegado	1894-57
Solución patrón de hidróxido sódico, 5,0 N	2450-26
Sobre de inhibidor de sulfuro en polvo	2418-99
Ácido sulfúrico	979-49

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Oxígeno, disuelto

Método 8166
Ampollas AccuVac

Método HRDO
(0,3 – 15,0 mg/L O_2)

Campo de aplicación: Para agua y aguas residuales

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis

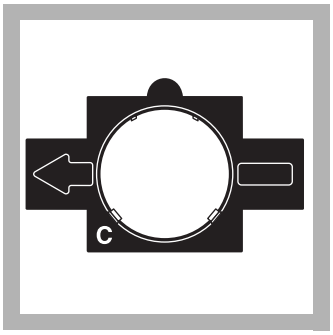
Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Las muestras deben ser analizadas inmediatamente y no pueden conservarse para un futuro análisis.

Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Ampollas AccuVac HRDO de oxígeno disuelto para rango alto con tapones reutilizables para ampollas	1
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubetas de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1

Nota: *En la pág. 4 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

Ampollas AccuVac — Método 8166

1. Seleccionar el test.

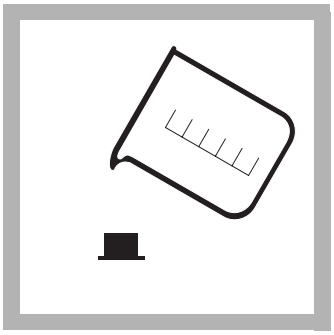


2. Insertar el adaptador C.

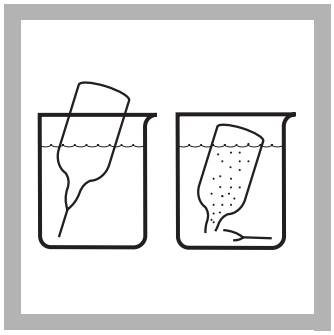
Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.

3. Preparación del blanco: llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Tapar la cubeta.



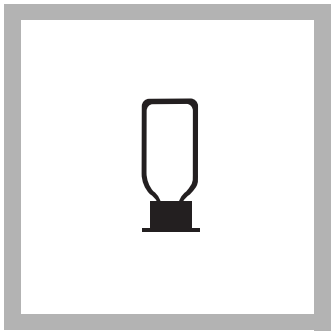
4. Llenar un tapón azul de ampolla con muestra.



5. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

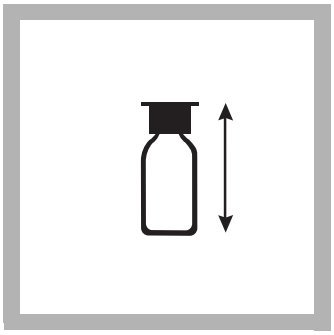
Llenar una ampolla AccuVac de oxígeno disuelto del rango alto con la muestra.

Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.



6. Immediatamente colocar la ampolla en el tapón con la punta de la ampolla orientada abajo.

El tapón evita la contaminación con el oxígeno de la atmósfera.



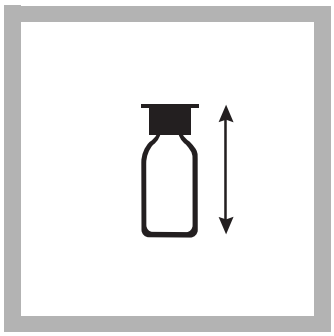
7. Agitar la ampolla durante 30 segundos aproximadamente.

Una pequeña contidad de reactivo no disuelta no afectará a los resultados.

8. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 2 minutos.

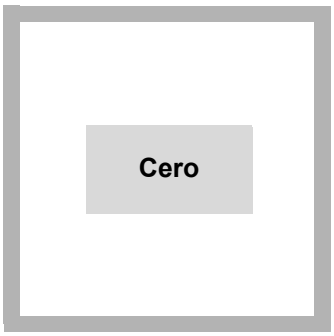
El período de reacción permite que el oxígeno desgasificado durante la aspiración se disuelva de nuevo y reaccione.



9. Después de que suene el temporizador, agitar la ampolla durante 30 segundos.

Dejar que las burbujas se disipen antes de realizar el ensayo.

10. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.



11. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.0 mg/L O_2

12. Limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L O_2**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Cr^{3+}	Mayor que 10 mg/L
Cu^{2+}	Mayor que 10 mg/L
Fe^{2+}	Mayor que 10 mg/L
Mg^{2+}	El magnesio normalmente presente en el agua de mar provoca una interferencia negativa. Si la muestra contiene más de un 50 % de agua de mar, la concentración de oxígeno obtenida mediante este método será un 25 % menor que la concentración real. Si la muestra contiene menos de un 50 % de agua de mar, la interferencia será menor del 5 %.
Mn^{2+}	Mayor que 10 mg/L
Ni^{2+}	Mayor que 10 mg/L
NO_2^-	Mayor que 10 mg/L

Muestreo, almacenamiento y preservación

Lo más importante durante el muestreo con ampollas AccuVac HRDO de oxígeno disuelto para rango alto es evitar que la muestra se contamine con el oxígeno de la atmósfera. Esto se consigue tapando la ampolla con un tapón en el intervalo de tiempo entre el momento en el que se abre la ampolla y el momento de la lectura de la absorbancia. Si la ampolla está bien tapada, estará protegida de la contaminación durante varias horas. La absorbancia disminuirá alrededor de un 3 % durante la primera hora y después no cambiará de forma significativa.

El muestreo y la manipulación de la muestra son factores importantes a la hora de obtener resultados fiables. El contenido de oxígeno disuelto del agua que está siendo analizada puede cambiar dependiendo de la profundidad, la turbulencia, la temperatura, la sedimentación, la luz, la acción microbiana, la mezcla, el tiempo de trasporte y otros factores. Un único análisis del oxígeno disuelto rara vez refleja exactamente el estado de toda una masa de agua. Se recomienda tomar varias muestras en diferentes momentos, lugares y profundidades para obtener unos resultados más fiables. Las muestras deben ser analizadas inmediatamente después de ser recogidas aunque la medición de la absorbancia transcurridas algunas horas sólo produce un pequeño error.

Comprobación de la precisión

Se pueden comparar los resultados de este método con los resultados de un medidor de oxígeno disuelto de HACH: sens*ion*6 medidor de oxígeno disuelto*, HQ10 medidor de oxígeno disuelto portátil*, o HQ20 medidor de oxígeno disuelto/pH portátil*.

Resumen del principo operativo

La ampolla AccuVac de oxígeno disuelto HRDO contiene un reactivo cerrado al vacío en una ampolla de 14 mL. Cuando se abre la ampolla AccuVac en una muestra que contiene oxígeno disuelto, se forma un color amarillo que se vuelve violeta. La intensidad del color violeta es proporcional a la concentración de oxígeno disuelto. Los resultados del ensayo se miden a 535 nm.

* En la pág. 4 encontrará "Materiales opcionales".

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Ampollas AccuVac LRDO de oxígeno disuelto para rango alto, con 2 tapones reutilizables para ampollas	1	25/paquete	25010-25

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, pp, 50 mL	1	cada uno	1080-41
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1	cada uno	21228-00

Materiales opcionales

Descripción	Ref.
LDO HQ10 medidor de oxígeno disuelto portátil	51815-00
LDO HQ20 medidor de oxígeno disuelto/pH portátil	51825-00
sens***ion***6 medidor de oxígeno disuelto	51850-01

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Oxígeno, disuelto

Método 8316
Ampollas AccuVac

Método Carmín de índigo
(6 – 800 µg/L O_2)

Campo de aplicación: Para agua de caldera

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis

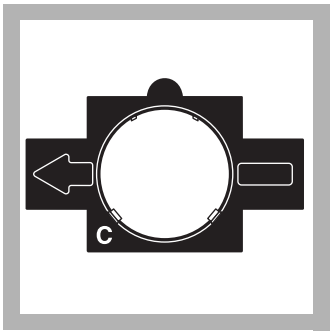
Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Las ampollas tienen un trocito de alambre para mantener la calidad del reactivo. La solución es amarilla.

Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Ampollas AccuVac LRDO de oxígeno disuelto para rango bajo	1
Vaso de precipitados, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1

Nota: *En la pág. 3 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

Ampollas AccuVac — Método 8316

1. Seleccionar el test.



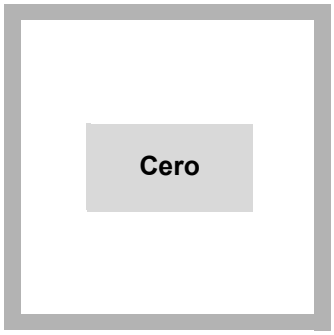
2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.

3. Preparación del blanco: llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Tapar la cubeta.

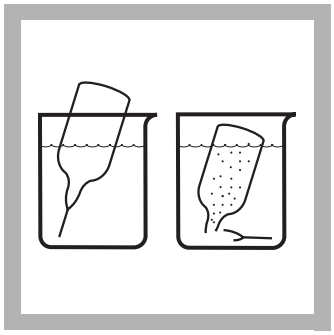
4. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.



5. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0 µg/L O_2



6. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

Llenar una ampolla AccuVac de oxígeno disuelto del rango bajo con la muestra.

Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.

7. Inmediatamente limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **µg/L O_2**

8. Anotar la medición inmediatamente. La lectura permanecerá estable durante 30 segundos. Al cabo de 30 segundos, la solución de la ampolla absorberá el oxígeno del aire.

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Hidracina	Un exceso de 100.000 de hidracina comenzará a reducir la forma oxidada de la solución.
Hidrosulfito de sodio	El hidrosulfito de sodio reduce la forma oxidada del indicador y provoca una interferencia considerable.

Un exceso de sodio tioglicolato, sodio ascorbato, sodio ascorbato + sulfato cúprico, nitrito de sodio, sulfito de sodio, tiosulfato de sodio e hidroquinona no reduce la forma oxidada de la solución y por tanto estas sustancias no interfieren de forma notable.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Lo más importante de este método es evitar que la muestra se contamine con el oxígeno de la atmósfera. El método ideal consiste en tomar la muestra a partir de un punto de muestreo conectado al lugar donde se encuentra la muestra mediante un conducto de flujo. Utilizar un embudo para mantener un flujo continuo y permitir que se obtenga una cantidad suficiente de muestra para poder sumergir la ampolla. Es importante que no entre aire en la ampolla. El uso de un tubo de goma podría introducir en la muestra una cantidad de oxígeno inaceptable, a menos que se reduzca al mínimo la longitud del tubo y que se mantenga un nivel de flujo alto. Aclarar el sistema de muestreo con la muestra durante al menos 5 minutos.

Comprobación de la precisión

Se pueden comparar los resultados de este método con los resultados de un medidor de oxígeno disuelto de HACH: sens*ion*6 medidor de oxígeno disuelto, HQ10 medidor de oxígeno disuelto portátil, or HQ20 medidor de oxígeno disuelto/pH portátil.

Se puede verificar el blanco de reactivo para este método de la siguiente forma:

1. Llenar un vaso de precipitados de 50 mL con la muestra y añadir 50 mg de hidrosulfito de sodio.
2. Sumergir la punta de una ampolla AccuVac LRDO de oxígeno disuelto para rango bajo en la muestra y romper el cuello para aspirar la muestra en la ampolla.
3. Determinar la concentración de oxígeno disuelto según el procedimiento descrito anteriormente. El resultado debe ser de 0 ± 6 µg/L.

Resumen del principo operativo

La ampolla AccuVac LRDO de oxígeno disuelto para rango bajo contiene un reactivo cerrado al vacío en una ampolla de 14 mL. Cuando abra la ampolla AccuVac en una muestra que contenga oxígeno disuelto, la solución amarilla se volverá violeta. La intensidad del color azul es proporcional a la concentración de oxígeno disuelto. Los resultados del ensayo se miden a 610 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Ampollas AccuVac LRDO de oxígeno disuelto para rango bajo	1	25/paquete	25010-25

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, pp, 50 mL	1	cada uno	1080-41
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1	cada uno	21228-00

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Hidrosulfito de sodio, technical grade	500 g	294-34

Materiales opcionales

Descripción	Ref.
LDO HQ10 medidor de oxígeno disuelto portátil	51815-00
LDO HQ20 medidor de oxígeno disuelto/pH portátil	51825-00
sens*ion*6 medidor de oxígeno disuelto	51850-01

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Oxígeno, disuelto

Método 8333
Ampollas AccuVac

Método del rango ultraalto
(1,0 – 40,0 mg/L O_2)

Campo de aplicación: Para acuicultura

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

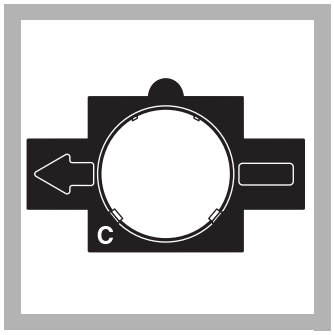
Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
Las muestras deben ser analizadas inmediatamente y no pueden conservarse para un futuro análisis

Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Ampollas AccuVac de oxígeno disuelto HRDO, con tapones reutilizables para ampollas	1
Vaso de precipitados, polipropileno, 50 mL	1
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1

Nota: *En la pág. 4 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

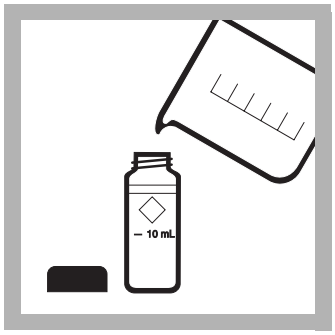
Ampollas AccuVac — Método 8333

1. Seleccionar el test.



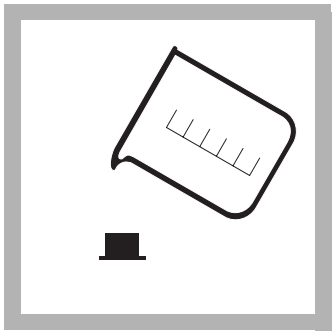
2. Insertar el adaptador C.

Véase el manual de instrucciones para obtener información detallada sobre la instalación.

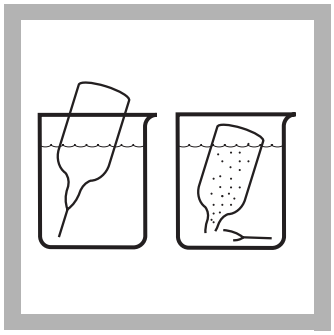


3. Preparación del blanco: llenar una cubeta circular de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

Tapar la cubeta.



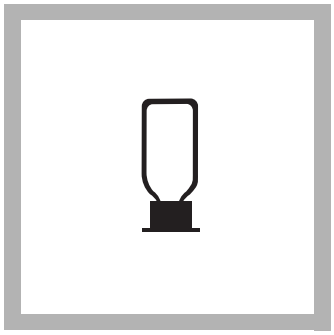
4. Llenar un tapón azul de ampolla con muestra.



5. La muestra preparada: recoger por lo menos 40 mL de muestra en un vaso de precipitados de 50 mL.

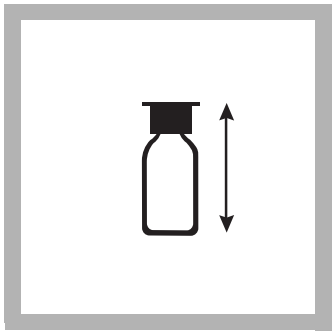
Llenar una ampolla AccuVac de oxígeno disuelto del rango alto con la muestra.

Mantener la punta sumergida hasta que la ampolla esté totalmente llena.



6. Immediatamente colocar la ampolla en el tapón azul con la punta de la ampolla orientada abajo.

El tapón evita la contaminación con el oxígeno de la atmósfera.



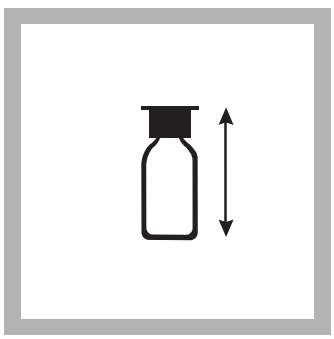
7. Agitar la ampolla durante 30 segundos aproximadamente.

Una pequeña contidad de reactivo no disuelta no afectará a los resultados.

8. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 2 minutos.

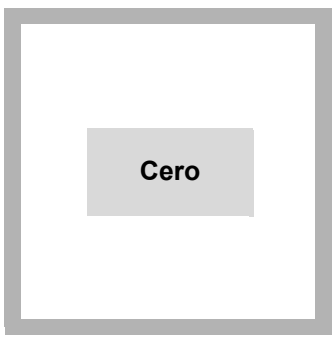
El período de reacción permite que el oxígeno desgasificado durante la aspiración se disuelva de nuevo y reaccione.



9. Después de que suene el temporizador, agitar la ampolla durante 30 segundos.

Dejar que las burbujas se disipen antes de realizar el ensayo.

10. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas.



11. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.0 mg/L O_2

12. Limpiar bien el exterior de la ampolla (la muestra preparada). Colocar la ampolla en el soporte portacubetas.

En el modo de lectura continua, el proceso para medir la ampolla AccuVac es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L O_2**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Cr^{3+}	Mayor que 10 mg/L
Cu^{2+}	Mayor que 10 mg/L
Fe^{2+}	Mayor que 10 mg/L
Mg^{2+}	El magnesio normalmente presente en el agua de mar provoca una interferencia negativa. Si la muestra contiene más de un 50 % de agua de mar, la concentración de oxígeno obtenida mediante este método será un 25 % menor que la concentración real. Si la muestra contiene menos de un 50 % de agua de mar, la interferencia será menor del 5 %.
Mn^{2+}	Mayor que 10 mg/L
Ni^{2+}	Mayor que 10 mg/L
NO_2^-	Mayor que 10 mg/L

Muestreo, almacenamiento y preservación

Lo más importante durante el muestreo con ampollas AccuVac HRDO es evitar que la muestra se contamine con el oxígeno de la atmósfera. Esto se consigue tapando la ampolla con un tapón en el intervalo de tiempo entre el momento en el que se abre la ampolla y el momento de la lectura de la absorbancia. Si la ampolla está bien tapada, estará protegida de la contaminación durante varias horas. La absorbancia disminuirá alrededor de un 3 % durante la primera hora y después no cambiará de forma significativa.

El muestreo y la manipulación de la muestra son factores importantes a la hora de obtener resultados fiables. El contenido de oxígeno disuelto del agua que está siendo analizada puede cambiar dependiendo de la profundidad, la turbulencia, la temperatura, la sedimentación, la luz, la acción microbiana, la mezcla, el tiempo de trasporte y otros factores. Un único análisis del oxígeno disuelto rara vez refleja exactamente el estado de toda una masa de agua. Se recomienda tomar varias muestras en diferentes momentos, lugares y profundidades para obtener unos resultados más fiables. Las muestras deben ser analizadas inmediatamente después de ser recogidas aunque la medición de la absorbancia transcurridas algunas horas sólo produce un pequeño error.

Comprobación de la precisión

Se pueden comparar los resultados de este método con los resultados de un medidor de oxígeno disuelto de HACH: sens*ion*6 medidor de oxígeno disuelto*, HQ10 medidor de oxígeno disuelto portátil*, o HQ20 medidor de oxígeno disuelto/pH portátil*.

Resumen del principo operativo

La ampolla AccuVac de oxígeno disuelto HRDO contiene un reactivo cerrado al vacío en una ampolla de 14 mL. Cuando se abre la ampolla AccuVac en una muestra que contiene oxígeno disuelto, se forma un color amarillo que se vuelve violeta. La intensidad del color violeta es proporcional a la concentración de oxígeno disuelto. Los resultados del ensayo se miden a 680 nm.

* En la pág. 4 encontrará "Materiales opcionales".

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Ampollas AccuVac de oxígeno disuelto HRDO, 0 – 10 mg/L, con 2 tapones reutilizables para ampollas	1	25/paquete	25150-25

Materiales necesarios (AccuVac)

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Adaptador, circular, de una pulgada, para ampollas AccuVac	1	cada uno	LZV584
Vaso de precipitados, pp, 50 mL	1	cada uno	1080-41
Cubeta de análisis, circular, 10 mL, con tapas roscadas	1	cada uno	21228-00

Materiales opcionales

Descripción	Ref.
LDO HQ10 medidor de oxígeno disuelto portátil	51815-00
LDO HQ20 medidor de oxígeno disuelto/pH portátil	51825-00
sens***ion***6 medidor de oxígeno disuelto	51850-01

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Sílice

Método 8185

Sobres de reactivo en polvo

Método Silicomolibdato

(1 – 100 mg/L)

Campo de aplicación: Para agua y agua residuales

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
La temperatura de la muestra debe ser de 15 – 25 °C (59 – 77 °F).

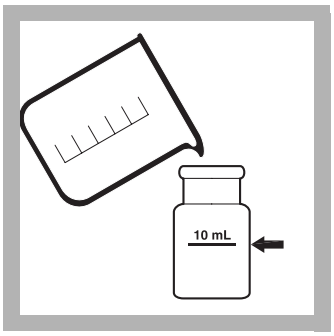
Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Set de reactivo de sílice, rango alto	1
Agua desionizada	10 mL
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2

Nota: *En la pág. 4 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

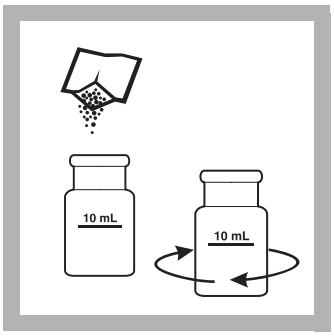
Sobres de reactivo en polvo — Método 8185

1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**

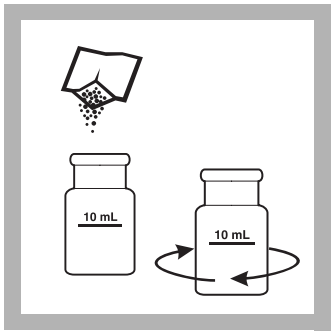
2. Seleccionar el test.



3. Llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.



4. La muestra preparada: añadir el contenido de un sobre de reactivo molibdato para sílice de rango alto a la cubeta. Agitar, con rotación, para disolver el polvo.



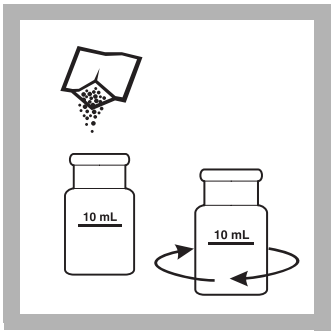
5. Añadir el contenido de un sobre de reactivo ácido para sílice de rango alto.

Agitar, con rotación, para mezclar.

En presencia de fosfato o de sílice, aparecerá un color amarillo.

6. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 10 minutos.



7. Después de que suene el temporizador, añadir el contenido de un sobre de ácido cítrico a la cubeta.

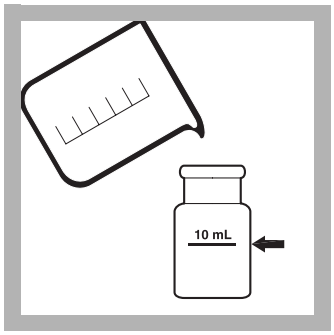
Agitar, con rotación, para mezclar.

Desaparecerá el color amarillo provocado por el fosfato.

8. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

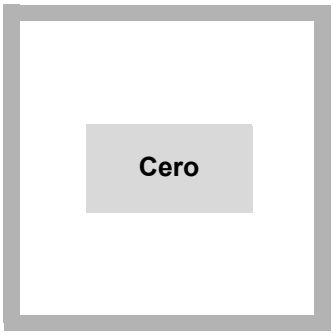
Comienza un período de reacción de 2 minutos.

Dentro de 3 minutos después de que suene el temporizador, efectuar los pasos 9 – 12.



9. Preparación del blanco: llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con muestra.

10. Limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.



11. Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0 mg/L SiO_2

12. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L SiO_2**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Color	Las interferencias por color desaparecen si se ajusta a cero el aparato con la muestra de agua.
Fosfato	El fosfato no interfiere por debajo de 50 mg/L PO_4^{3-}. A 60 mg/L se observa una interferencia negativa del 2 %. A 75 mg/L se observa una interferencia negativa del 11 %.
Hierro	Concentraciones importantes de Fe^{2+} y Fe^{3+} interfieren.
Sulfuro, (S^{2-})	Interfiere a todos los niveles.
Turbidez	Las interferencias por turbidez desaparecen si se ajusta a cero el aparato con la muestra de agua.

A veces, las muestras contienen sílice que reacciona lentamente con el molibdato. No se conoce la naturaleza exacta de las formas que no reccionan con el molibdato. Un tratamiento previo con bicarbonato de sodio* y de ácido sulfúrico* hace que estas formas reaccionen con el molibdato. Este tratamiento previo se explica en *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater,* Silica – Digestion with Sodium Bicarbonate. A menudo, si se alarga el tiempo de reacción de la muestra con los reactivos de molibdato y ácido antes de añadir el ácido cítrico no hará falta hacer un tratamiento previo con bicarbonato.

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de plástico lavadas. Se obtendrán los mejores resultados cuando se analicen las muestras lo antes posible tras su toma. En caso de no poder proceder al análisis inmediatamente, conservar las muestras hasta 28 días a una temperatura igual o menor que 4 °C (39 °F). Calentar a temperatura ambiente antes de realizar el ensayo.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento. Verificar la forma química.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones*.

4. Abrir un solución patrón de sílice de 1000 mg/L.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón, respectivamente, a cada una de las tres cubetas. Llenar los tubos hasta la marca de 10 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

*En la pág. 5 encontrará "Reactivos opcionales".

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón

1. Para comprobar la precisión, sustituir una solución patrón de 50 mg/L de SiO_2, en lugar de la muestra analizada y efectuar el procedimiento de la manera descrita.

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 50 mg/L SiO_2, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajustar** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajustar**.

Resumen del principo operativo

El sílice y el fosfato de la muestra reaccionan con el ión del molibato en medio ácido para formar complejos amarillos de ácido silicomolíbdico y fosfomolíbdico. La adición de ácido cítrico descompone los complejos de fosfato. Entonces, se determina el sílice midiendo el color amarillo restante. Los resultados del ensayo se miden a 452 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Set de reactivo de sílice, rango alto (10 mL muestra) rango alto, incluye:			24296-00
Sobre de reactivo ácido para sílice de rango alto en polvo	1	100/paquete	21074-69
Sobre de reactivo ácido cítrico	1	100/paquete	21062-69
Sobre de reactivo molibdato para sílice de rango alto en polvo	1	100/paquete	21073-69
Agua desionizada	10 mL	4 L	272-56

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Solución patrón de sílice, 50 mg/L	200 mL	1117-29
Solución patrón de sílice, 1000 mg/L	500 mL	194-49

Reactivos opcionales

Descripción	Ref.
Bicarbonato de sodio, 454 g	776-01
Ácido sulfurico, 1,00 N, 100 mL	1270-32

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07

Zinc

Método 8009

Sobres de reactivo en polvo

Método Zincón[1]

(0,01 – 3,00 mg/L)

Campo de aplicación: Para agua y aguas residuales; la determinación del zinc total necesita digestión previa (véase Digestión, pág. 5); aprobado por la USEPA (United States Environmental Protection Agency – Agencia de Protección Ambiental de los EE.UU.) para aguas residuales [2].

[1] Adaptación de *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

[2] *Federal Register*, 45(105) 36166 (May 29,1980).

Preparación del análisis

Antes de comenzar el análisis:

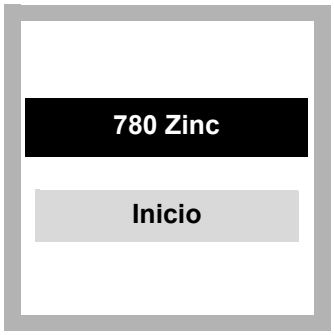
Con este espectrofotómetro es posible realizar dos modos de lectura: Lectura puntual o continua. Para mayores detalles, consultar el manual del usuario.
En el procedimiento utilizar sólamente tubos de vidrio con tapón.
Lavar los artículos de vidrio con HCl 1:1 y aclarar con agua desionizada antes de usarlos.
Utilizar un cuentagotas de plástico puesto que las peras de goma pueden contaminar el reactivo.
El reactivo ZincoVer 5 contiene cianuro potásico. Estas soluciones deberían ser recogidas para su eliminación como residuo peligroso. El cianuro se deberá recoger para proceder a su eliminación como residuo reactivo (D003). Asegúrense que las soluciones de cianuro son almacenadas en una solución cáustica con un pH>11 para prevenir el escape de gas de hidrógeno de cianuro. Productos químicos y soluciones para análisis deben descartarse de acuerdo a los reglamentos nacionales pertinentes. Los empaques de los productos deben descartarse según los reglamentos específicos del país o ser sometidos a un sistema de retorno.
¡Precaución! ***El reactivo ZincoVer 5 contiene cianuro y es muy tóxico si se toma por vía interna o si se inhalan los vapores. No añadir a una muestra que tenga un pH inferior a 4.***

Se requieren los siguientes elementos:	**Cantidad**
Set de reactivo de zinc:	
Ciclohexanona	0,5 mL
Sobres de reactivo ZincoVer 5 en polvo	1
Tubo mezclador, graduado de vidrio, 25 mL, con tapón	1
Cubeta de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10 mL	2

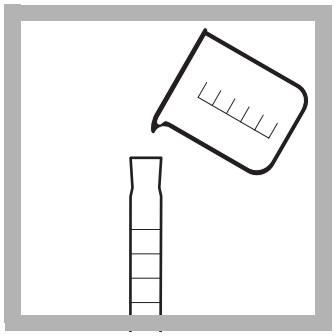
Nota: *En la pág. 6 encontrará información para realizar el pedido de fungibles y repuestos.*

Sobres de reactivo en polvo — Método 8009

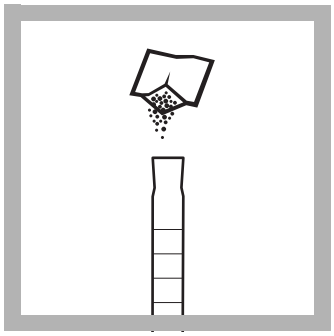
1. Seleccionar en la pantalla: **Programas almacenados**



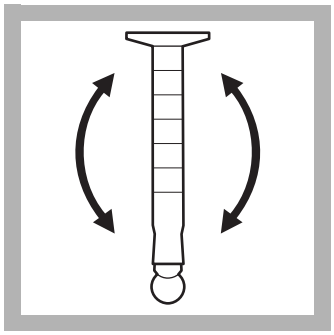
2. Seleccionar el test.



3. Llenar un tubo mezclador graduado de 25 mL hasta la marca de 20 mL con muestra.

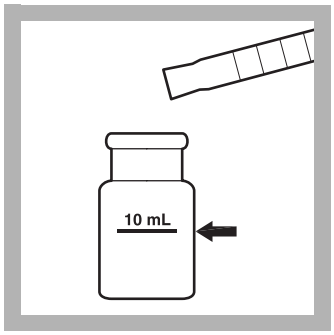


4. Añadir al tubo el contenido de un sobre de reactivo ZincoVer 5 en polvo. Tapar el tubo.

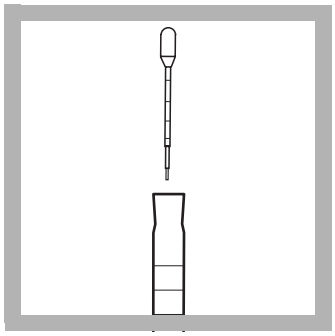


5. Invertir despacio varias veces para disolver el polvo. Si no se han disuelto todas las partículas pueden producirse lecturas erróneas para las bajas concentraciones de zinc.

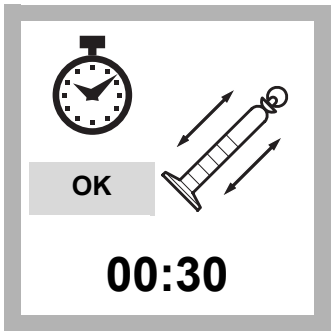
La muestra debe ser de color naranja. Si la muestra es de color marrón o azul, o bien la concentración de Zinc es muy alta o está presente un metal que produce interferencias. Diluir la muestra y repetir la prueba.



6. Preparación del blanco: llenar una cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con mezcla del tubo mezclador.



7. La muestra preparada: con el cuentagotas calibrado añadir 0,5 mL de ciclohexanona a la mezcla que queda en el tubo mezclador.



8. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

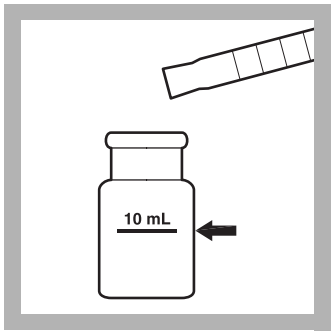
Comienza un período de reacción de 30 segundos. Durante el tiempo de reacción, tapar el tubo y invertir vigorosamente (la muestra preparada).

La muestra será de color rojo anaranjado, marrón o azul, dependiendo de la concentración de zinc.

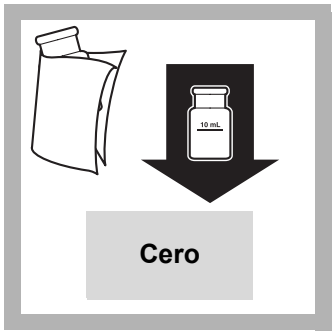
9. Seleccionar en la pantalla el símbolo de temporizador y pulsar **OK**.

Comienza un período de reacción de 3 minutos.

Durante este tiempo efectuar el paso 10.



10. Llenar otra cubeta cuadrada de una pulgada de 10 mL hasta la marca de 10 mL con la muestra preparada del tubo mezclador.



11. Después de que suene el temporizador, limpiar bien el exterior de la cubeta (el blanco) y colocar el blanco en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha.

Seleccionar en la pantalla: **Cero**

La pantalla indicará:

0.00 mg/L Zn

12. Limpiar bien el exterior de la cubeta (la muestra preparada) y colocar la cubeta en el soporte portacubetas con la marca de llenado hacia la derecha. la derecha.

En el modo de lectura continua, el proceso para medir la cubeta de muestra es automático. La tecla ***Medición*** *no aparece en pantalla.*

Lectura puntual: Seleccionar en la pantalla: **Medición**

El resultado aparecerá en **mg/L Zn**

Interferencias

Tabla 1 Sustancias interferentes y niveles de interferencia

Sustancia interferente	Niveles de interferencia y tratamientos
Aluminio	Mayor que 6 mg/L
Cadmio	Mayor que 0,5 mg/L
Cobre	Mayor que 5 mg/L
Hierro (III)	Mayor que 7 mg/L
Manganeso	Mayor que 5 mg/L
Materia orgánica	Las altas concentraciones de materia orgánica pueden interferir. Para eliminar esta interferencia, efectuar la técnica de digestión suave.
Níquel	Mayor que 5 mg/L
pH, exceso de tamponaje	Las muestras altamente tamponadas o con un pH extremo pueden superar el poder de tampón de los reactivos y por tanto requerir que la muestra sea previamente tratada. Ajustar el pH a 4 – 5.

Las muestras que contienen ácido amino trimetileno fosfónico (AMP) presentarán una interferencia negativa. Llevar a cabo una digestión de fósforo total (método 8190) para eliminar esta interferencia.

IMPORTANTE: *Tras la digestión del fósforo total, ajustar el valor de pH de la muestra en pH 4 – 5 con hidróxido sódico antes de realizar el análisis con el test de zinc.*

Muestreo, almacenamiento y preservación

Recoger las muestras en botellas de vidrio o de plástico lavadas con ácido. Para el almacenamiento, ajustar el pH a 2 o un valor inferior con ácido nítrico (unos 2 mL por litro). Las muestras conservadas se pueden almacenar hasta un máximo de 6 meses a temperatura ambiente. Antes del análisis ajustar el pH a un valor comprendido entre 4 y 5 con hidróxido sódico 5,0 N. No exceder de pH 5 pues el zinc puede perderse como precipitado.

Corregir el resultado del análisis por adiciones de volumen dividiendo el volumen total (muestra + ácido + base) entre el volumen inicial y multiplicando el resultado del análisis por este factor.

Comprobación de la precisión

Método de adición de solución patrón (Adición de muestra)

1. Tras leer los resultados del ensayo, dejar la cubeta de análisis (muestra sin adicionar) en el instrumento.

2. Pulsar **Opciones>Más…**. Pulsar **Adiciones de patrones**; aparecerá un resumen del procedimiento de adiciones de patrón.

3. Pulsar **OK** para aceptar los valores por defecto para concentración del patrón, volumen de muestra y volúmenes de adición. Pulsar **Edición** para cambiar estos valores. Una vez aceptados los valores, la lectura de la muestra sin adicionar aparecerá en la fila superior. Véase *Adición de soluciones patrón* en el *manual de instrucciones.*

4. Romper el cuello de una ampolla Voluette de solución patrón de zinc, de 25 mg/L Zn.

5. Preparar tres adiciones de muestra. Con una pipeta TenSette agregar 0,1, 0,2 y 0,3 mL de solución patrón, respectivamente, a cada uno de los tres tubos mezcladores*. Llenar los tubos hasta la marca de 20 mL con la muestra y mezclar concienzudamente.

6. Analizar cada adición de muestra de la manera descrita anteriormente, empezando con la adición de muestra de 0,1 mL. Aceptar cada lectura de adición de patrón pulsando **Medición**. Cada adición debería reflejar aproximadamente una recuperación del 100 %.

7. Una vez terminada la secuencia, pulsar **Gráfico** para visualizar la línea de ajuste óptimo entre los datos de adiciones de patrón, representando las interferencias matriciales. Pulsar **Línea ideal** para ver la relación entre las adiciones de muestra y la "línea ideal" de una recuperación del 100 %.

Ajuste del patrón
Preparar una solución patrón de zinc de 1,00 mg/L como sigue:

1. Usando artículos de vidrio de clase A, preparar una solución patrón de zinc de 1,00 mg/L añadiendo con la pipeta 10,00 mL de solución patrón de zinc de 100 mg/L de Zn a un frasco volumétrico de 1000 mL. Diluir hasta la marca de 1000 mL con agua desionizada. Preparar esta solución cuando la vaya a utilizar. Efectuar la técnica de análisis como se describe anteriormente.

* En la pág. 6 encontrará "Reactivos y materiales opcionales".

2. Para ajustar la curva de calibración mediante la lectura obtenida con la solución patrón de 1,00 mg/L Zn, pulsar **Opciones>Más…** en el menú del programa actual. Pulsar **Ajuste del patrón**.

3. Pulsar **Encendido**. Pulsar **Ajuste** para aceptar la concentración indicada en la pantalla (el valor depende de la forma química seleccionada). Si se utiliza una concentración alternativa, púlsese el número de la casilla para introducir el valor de la concentración real y a continuación púlsese **OK**. Pulsar **Ajuste**.

Digestión

La digestión es necesaria si se está determinando el zinc total. La siguiente digestión no es la digestión aprobada por la USEPA [United States Environmental Protection Agency /Agencia de Protección Ambiental de los EE.UU].

1. Si no se ha añadido ácido nítrico a la muestra con anterioridad, verter 5 mL de ácido nítrico* concentrado en un litro de muestra (utilícese una pipeta serológica de vidrio y un pipeteador. Si la muestra se acidificó en el momento de recogerla, añadir 3 mL de ácido nítrico* a un litro de muestra.

2. Trasvasar 100 mL de la muestra acidificada a un matraz Erlenmeyer de 250 mL.

3. Añadir 5 mL de ácido clorhídrico* 1:1.

4. Calentar la muestra sobre una placa caliente* a 95 °C (203 °F) durante 15 minutos. Cerciorarse de que la muestra no hierva.

5. Filtrar la muestra enfriada a través de un filtro de membrana* y ajustar el volumen a 100 mL con agua desionizada.

6. Ajustar el pH a 4 – 5 con hidróxido sódico* 5,0 N antes de realizar el análisis. Véase Muestreo, almacenamiento y preservación en la página 4.

Resumen del principo operativo

El zinc y otros metales presentes en la muestra forman complejos con el cianuro. La adición de ciclohexanona origina una liberación selectiva de zinc. El zinc reacciona entonces con el indicador 2-carboxi-2'-hidroxi-5'-sulfoformazilbenceno (Zincón) y forma una especie de color azul. El color azul es enmascarado por el color marrón del exceso de indicador. La intensidad del color azul es proporcional a la cantidad de zinc presente. Los resultados del ensayo se miden a 620 nm.

Fungibles y repuestos

Reactivos necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Set de reactivo de zinc, 20 mL muestra (100 analísis = 100 muestras + 100 blancos), incluye:			24293-00
Ciclohexanona	0,5 mL	100 mL MDB	14033-32
Sobres de reactivo ZincoVer 5 en polvo	1	100/paquete	21066-69

Materiales necesarios

Descripción	Cantidad/Test	Unidad	Ref.
Tubo mezclador, graduado de vidrio, 25 mL, con tapón	1	cada uno	20886-40
Cubetas de análisis, cuadradas, de una pulgada, 10 mL, emparejadas	2	2/paquete	24954-02

Reactivos recomendados

Descripción	Unidad	Ref.
Agua desionizada	4 L	272-56
Solución patrón de zinc, 100 mg/L	100 mL	2378-42
Solución patrón de zinc, 2 mL ampolla PourRite, 25 mg/L Zn	20/paquete	14246-20
Solución patrón de zinc, 10 mL ampolla Voluette, 25 mg/L Zn	16/paquete	14246-10

Reactivos y materiales opcionales

Descripción	Ref.
Matraz Erlenmeyer, 250 mL	505-46
Placa caliente, 115 V	12067-01
Placa caliente, 220 V	12067-02
Ácido clorhídrico, 6,0 N, 1:1	884-49
Ácido nítrico, concentrado	152-26
Solución patrón de hidróxido sódico, 5,0 N	2450-26

FOR TECHNICAL ASSISTANCE, PRICE INFORMATION AND ORDERING:
In the U.S.A. – **Call toll-free 800-227-4224**
Outside the U.S.A. – **Contact the HACH office or distributor serving you.**
On the Worldwide Web – **www.hach.com**; E-mail – **techhelp@hach.com**

HACH COMPANY
WORLD HEADQUARTERS
Telephone: (970) 669-3050
FAX: (970) 669-2932

©Hach Company. All rights reserved. Printed in Germany

Edición 1, JAN 07